

(19)



SUOMI - FINLAND

(FI)

PATENTTI- JA REKISTERIHALLITUS
PATENT- OCH REGISTERSTYRELSEN
FINNISH PATENT AND REGISTRATION OFFICE

(10) **FI 920522 A7**

(12) **JULKISEKSI TULLUT PATENTTIHAKEMUS
PATENTANSÖKAN SOM BLIVIT OFFENTLIG
PATENT APPLICATION MADE AVAILABLE TO THE
PUBLIC**

(21) Patentihakemus - Patentansökan - Patent application **920522**

(51) Kansainvälinen patenttiluokitus - Internationell patentklassifikation -
International patent classification
**C07C233/65
C07C233/69
A01N 37/18
A23L 1/035
A61K 7/06
A61K 7/48
B01F 17/00**

(22) Tekemispäivä - Ingivningsdag - Filing date **29.06.1990**

(23) Saapumispäivä - Ankomstdag - Reception date **07.02.1992**

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig - Available to the public **07.02.1992**

(43) Julkaisupäivä - Publiceringsdag - Publication date **13.06.2019**

(86) Kansainvälinen hakemus - **29.06.1990 PCT/EP1990/001044**
Internationell ansökan - International
application

(32) (33) (31) Etuoiikeus - Prioritet - Priority

08.08.1989 US 391197 27.06.1990 US 542780

(71) Hakija - Sökande - Applicant

1 •Stepan Company, 22 West Frontage Road Northfield, Ill. 60093, USA, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)

(72) Keksimä - Uppfinnare - Inventor

- 1 •Goze, Jean M., USA, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)**
- 2 •Bernhardt, Randal J., USA, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)**
- 3 •Hartlage, James A., USA, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)**
- 4 •Smith, Norman R., USA, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)**
- 5 •Lietz, Dennis E., USA, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)**
- 6 •Kay, James W., USA, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)**
- 7 •Breitbeil, Fred W., USA, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)**
- 8 •Sajic, Branco, USA, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)**
- 9 •Rockwell, Ned Miles, USA, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)**
- 10 •McConnell, Nina Monsterrat, USA, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)**
- 11 •Mohring, William Richard, USA, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)**

(74) Asiamies - Ombud - Agent

Kolster Oy Ab, Salmisaarenaukio 1, 00180 Helsinki

(54) Keksinön nimitys - Uppfinningens benämning - Title of the invention

**Pinta-aktiivisia sykliä amidokarboksyhdisteitä ja niiden synteesi j a käyttö
Ytaktiva cykliska amidokarboxiföreningar samt deras syntes och användning**

Pinta-aktiivisia syklisiä amidokarboksiyhdisteitä ja niiden synteesi ja käyttö

Keksinnön aihepiiri

5 Keksintö koskee pinta-aktiivisia aineita ja jos-
sain määrin tarkemmin ottaen aiempaa parempia amidokar-
boksiyhdisteitä, näitä yhdisteitä sisältäviä koostumuk-
sia, menetelmiä näiden yhdisteiden ja koostumusten val-
mistamiseksi sekä menetelmiä näiden yhdisteiden tai koos-
10 tumusten käyttämiseksi moninaisilla teknisesti hyödylli-
sillä alueilla.

Keksinnön tausta

Laaja valikoima pinta-aktiivisia yhdisteitä tunne-
taan ja niitä käytetään laajalti. Edelleen tiettyjä suh-
15 teellisen spesifisiä ftalamaattijohdannaisia julkistetaan
ainakin nimellisesti akateemisessa kirjallisuudessa ja
patenttikirjallisuudessa. Joidenkin spesifisten ftala-
maattijohdannaisien on esitetty olevan käyttökelpoisia
kasvien kasvunsäätelykoostumuksissa, hyönteistorjunta-
20 koostumuksissa, bakterisidi-, fungisidi-, herbisidikoos-
tumuksissa, lisäaineina raakaöljytislepolttoaineiden vir-
tausominaisuuksien alhaisessa lämpötilassa parantamiseksi,
liuotinuuttokoostumuksissa tietyille raskasmetalli-
ioneille, katalysaattorisysteemeinä polyuretaanivaahto-
25 koostumuksille, lisäaineina lämpörekisteröintimateriaa-
leille, paksuntimissa silikonirasva- ja öljypohjaisille
kairauslietteille, lisäaineina vettä sietäville päällyys-
teille, pehmittimille jne. Esimerkiksi US-patenttijulkai-
sussa 2 101 323 annetaan niukka julkistus nimenomaisten
30 dikarboksylihapojen tietyistä monoamideista mukaan lu-
kien syklisistä amidokarboksiyhdisteistä ja erilaisista
ftalamaattijohdannaisista, liuotinpohjaisista synteesi-
teistä sekä maininta näiden mahdollisista käytöistä. Jos-
sain määrin samalla tavalla US-patenttijulkaisussa
35 2 467 192 annetaan julkistus "amiini"-hapojen tietyistä

ammoniumsuoloista, mukaan lukien erilaiset ftalamaattijohdannaiset, niiden synteesi sekä niiden käyttö pehmittimenä, mihin saattaa liittyä vettä sietävien pintojen tai kalvojen muodostaminen. Lukuisia muita, suhteellisen etäisiä julkistuksia, jotka liittyvät ftalamiinihappoihin tai ftalamaattijohdannaisiin, ovat seuraavat US-patenttijulkaisut: 2 554 249 (lisäaine insektisidikoostumuksille); 2 582 670 (lisäaine vulkanointiaktivaattoreille); 2 742 496 (lisäaine ruosteen- ja korroosionestokoostumuksille); 3 095 286 (lisäaine seulantukkeutumisenesto- ja ruosteenestokoostumukseen); 4 211 534 (lisäaine raakaöljypolttoaineöljyjen virtausominaisuuksien alhaisessa lämpötilassa parantamiseksi); 4 478 958 (lisäaine katalysaattorisysteemeissä polyuretaanivaahdokoostumuksille); jne.

Lisäksi ns. nopeasti hajoavia henkilökohtaisen hoidon koostumuksia, joihin liittyy vinyyli- ja polymeerejä, julkistetaan EP-patenttihakemusjulkaisussa 02 68 164 A2. Edelleen öljy-vedessä hiusten-/ihonhoitokoostumus, joka sisältää tiettyjä veteen liukenemattomia, öljymäisiä rasvaisia materiaaleja ja veteen dispergoituvaa hydratoitua monivalenssista metallisuolaa (eli Al:ää) ja jonka pH on säädetty suhteellisen alhaiseksi koostumuksen muuttamiseksi vesi-öljyssä-emulsioksi hiuksiin/ihoon hierottuna ja kosteuttavan tai suojaavan esteen muodostamiseksi, julkistetaan US-patenttijulkaisussa 4 551 330.

Edelleen US-patenttijulkaisuissa 3 928 432 ja 4 544 726 julkistetaan tiettyjä monomeerisiä lateksipolymerisaatio-pinta-aktiivisia aineita, jotka polymerisointia aikana sisällytetään kemiallisesti polymeereihin niiden migraation estämiseksi ja siten saatavan polymeerimassan herkkyyden vedelle vähentämiseksi.

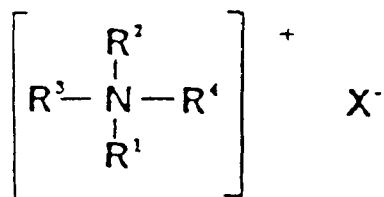
US-patenttijulkaisussa 4 741 855 kuvataan shampoo-koostumuksia, jotka käsittävät synteettisen pinta-aktiivisen aineen, liukenemattoman ei-haihtuvan silikonin, suspendoimisaineen ja vettä. Kuvattuihin suspendoimisai-

neisiin lukeutuu etyleeniglykolin pitkäketjuisia estereitä, pitkäketjuisten rasvahappoamiinioksidien estereitä ja monia muita. Näissä koostumuksissa vaikuttaa olevan useita keskeisiä hoitavia ainesosia, mukaan lukien liukenematon, ei-haihtuva silikoni, suspendoimisaine ja kvaternaarinen ammoniumyhdiste. Kvaternaariset ammoniumyhdisteet, joita julkistetaan US-patenttijulkaisussa nro 4 741 855 ainesosiksi shampookoostumuksessa, ovat di(hydrattu talli)dimetyyliammoniumkloridi ja setyyli(trimetyyliammonium)kloridi.

Silikonimateriaalin käyttöä shampoissa on kuvattu lukuisissa erilaisissa julkaisuissa. Tällaisten koostumusten valmistus on varsin monimutkaista ja edellyttää erikoisen sekoituslaitteen, korkean leikkausrasituksen sietäviä pumppuja, lämmönvaihtimen, useita valmistustankkeja jne.

Kvaternaarisia ammoniumyhdisteitä, jotka on saatu rasvahappoamiineista kuten taliamiinista ja ditaliamiinista, on käytetty hoitoaineina, pinta-aktiivisina aineina ja paksuntimina tai emulgaattoreina erilaisissa shampoo- ja hiustenhoitotuotteissa. Esimerkiksi EP-patenttihakemusjulkaisussa nro 0 067 635 A2 julkistetaan hoitavia shampoita, jotka sisältävät kvaternaarisia ammoniumyhdisteitä, joiden kaava on:

25



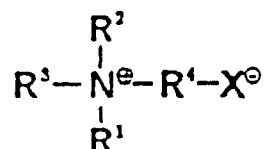
30

jossa R¹- ja R²-ryhmät sisältävät keskimäärin noin 16 - 22 hiiliatomia, edullisimmin noin 16 - noin 18 hiiliatomia, R³ ja R⁴ ovat C₁-C₄-alkyyli- tai C₁-C₄-hydroksialkyyli-ryhmiä ja X on mikä tahansa yhteensopiva anioni, etenkin sellainen,

35

joka on valittu ryhmästä, jonka muodostavat halogenidi-, hydroksidi-, metyyli-sulfaatti- tai asetaattianionit.

Tuon patenttihakemuksen mukaiset shampookoostumukset sisältävät myös asyylijohdannaisia, jotka ovat pitkäketjuisia amideja, alkanoliamideja, etyleeniglykolin ja glyseriinin estereitä, karboksyylihappojen estereitä, tiodikarboksyylihappojen estereitä ja näiden johdannaisen seoksia. Tuon patenttihakemuksen mukaiset shampookoostumukset sisältävät myös pinta-aktiivisia aineita, joiden kaava on:

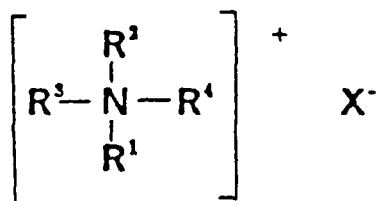


jossa R^1 on pitkäketjuinen alkyyliradikaali, jossa on noin 10 - noin 18 hiiliatomia, tai amidoradikaali, jonka kaava on:



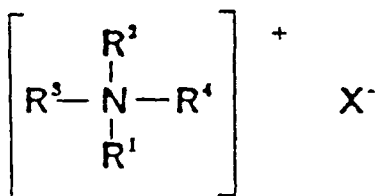
jossa R^5 on pitkäketjuinen alkyyliradikaali, R^2 ja R^3 ovat kumpikin alkyyliradikaaleja, joissa on noin 1 - noin 3 hiiliatomia, R^4 on alkyleeni- tai hydroksialkyleeniradikaali, jossa on noin 1 - noin 4 hiiliatomia, ja X on karboksylaattiradikaali.

EP-patenttihakemusjulkaisussa nro 0 152 194 A2 julkistetaan shampookoostumuksia, jotka sisältävät kvartenaarisia ammoniumsuoloja, joiden kaava on:



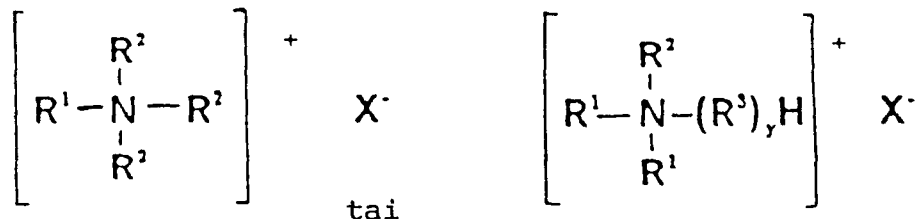
jossa R_1 on vety, tai alifaattinen ryhmä, jossa on 1 - 22 hiiliatomia, tai aromaattinen ryhmä, aryyli- tai alkaryyliryhmä, jossa on 6 - 20 hiiliatomia; R_2 on alifaattinen ryhmä, jossa on 12 - 22 hiiliatomia; R_3 ja R_4 ovat kumpikin alkyyliiryhmiä, joissa on 1 - 3 hiiliatomia; ja X on anioni, joka valitaan halogeeni-, asetaatti-, fosfaatti-, nitraatti- ja metyyli-sulfaattiradikaaleista.

GB-patenttihakemusjulkaisussa nro GB 2 196 979 A annetaan käyttöön hiustenhoitokoostumuksia, jotka käsittelevät yhdisteitä, joiden kaava on:



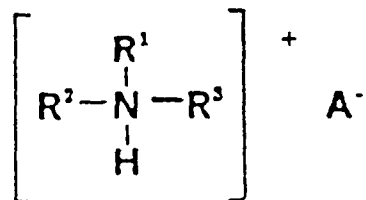
jossa R_1 ja R_2 ovat alifaattisia ryhmiä, jotka sisältävät noin 12 - noin 22 hiiliatomia, R_3 ja R_4 ovat kumpikin vety tai lyhytketjuisia alkyyliiryhmiä, jotka sisältävät noin 1 - noin 4 hiiliatomia, ja X on anioni, joka valitaan halogeeni-, asetaatti-, fosfaatti-, nitraatti- ja alkyyli-sulfaattiradikaaleista.

GB-patenttihakemusjulkaisussa nro GB 2 124 647 A selostetaan kvaternaarisia ammoniumyhdisteitä, jotka ovat käyttökelpoisia shampookoostumuksissa. Ammoniumyhdisteiden kaava on:



jossa R_1 on alifaattinen alkyyliryhmä, joka sisältää keskimäärin noin 16 - 22 hiiliatomia, edullisimmin noin 16 - noin 18 hiiliatomia, R_2 -ryhmät ovat C_1 - C_4 -alkyyli- tai C_1 - C_4 -hydroksyylialkyyli-ryhmiä, R_3 -ryhmät ovat alkyleenioksidiryhmiä, edullisesti propyleenioksidi, jossa y on 1 - 4 ja X on mikä tahansa yhteensopiva anioni, etenkin sellainen, joka valitaan ryhmästä, jonka muodostavat halogenidi-, hydroksidi-, metyyli-sulfaatti- tai asetaattianionit.

EP-patenttihakemusjulkaisussa nro 0 294 894 julkistetaan shampoihin sisältyviä hoitoaineita, jotka käsittävät yhdisteitä, joiden kaava on:

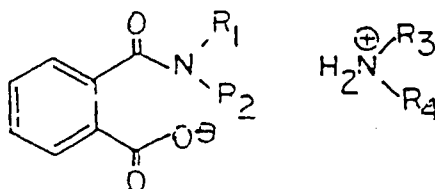


jossa R_1 ja R_2 voivat olla toisistaan riippumatta C_{16} - C_{20} -alkyyli tai -alkenyylit ja R^3 on H tai CH_3 , ja A on anioninen pinta-aktiivinen aine, joka valitaan ryhmästä, jonka muodostavat alkyylisulfonaatit, aryyli-sulfonaatit, alkyyliaaryylisulfonaatit, alkyylisulfaattit, alkyylitoksyloidut sulfaattit, dialkyylisulfosukkinaatit, etoksyloidut alkyylisulfonaatit, alkyylioksibentseenisulfonaatit, asyyli-isetionaatit, asyylialkyyli-tauraatit, olefiinisulfonaatit ja parafiinisulfonaatit.

Laaja valikoima pinta-aktiivisia yhdisteitä tunnetaan ja niitä käytetään laajalti. Edelleen tiettyjä suhteellisen spesifisiä ftalamaattijohdannaisia julkistetaan ainakin nimellisesti akateemisessa kirjallisuudessa ja patenttikirjallisuudessa. Joidenkin spesifisten ftalamaattijohdannaisten on esitetty olevan käyttökelpoisia kasvien kasvunsäätelykoostumuksissa, hyönteistorjunta-koostumuksissa, bakterisidi-, fungisidi-, herbisidikoos-

tumuksissa, lisäaineina raakaöljytislepolttoaineiden virtausominaisuuksien alhaisessa lämpötilassa parantamiseksi, liuotinuuttokoostumuksissa tietyille raskasmetallioneille, katalysaattorisysteemeissä polyuretaanivaah-
 5 koostumuksille, lisäaineina lämpörekisteröintimateriaaleille, paksuntimissa silikonirasva- ja öljypohjaisille kairauslietteille, lisäaineina vettä sietäville päällysteille, pehmittimille jne. Ftalamiinihappoja tai ftalamaattijohdannaisia on käytetty lisäaineina insektisidi-
 10 koostumuksille; lisäaineina vulkanointiaktivaattoreille; lisäaineina ruosteen- ja korroosionestokoostumuksille; lisäaineina seulantukkeutumisenesto- ja ruosteenestokoostumuksiin; lisäaineina raakaöljypolttoaineöljyjen virtausominaisuuksien alhaisessa lämpötilassa parantamiseksi; lisäaineina katalysaattorisysteemeissä polyuretaani-
 15 vaahtkoostumuksille jne.

Ammoniumftalamaatteja on käytetty lisäaineina polttoaineöljykoostumuksissa, sekoitusaineina rasvalle,
 20 voiteluöljylisäaineina ja paksuntimina voiteluöljykoostumuksille. Näiden ammoniumftalamaattien kaava on:



25 jossa R_1 , R_2 , R_3 ja R_4 ovat C_{16} - C_{40} -, edullisesti C_{16} - C_{24} -suoraketjuisia alkyyli-ryhmiä sekundaarisessa amiinissa, ja ne voivat olla identtiset tai erilaisia.

30 Tali on rasvahapposivutuote lihanpakkausteollisuudessa, joka saadaan sulattamalla ruumiin rasva nautakarjasta ja lampaista. Talit eri lähteistä vaihtelevat vapaan rasvahapon pitoisuudessa. Talissa normaalisti tava-

tut rasvahapot ovat myristiinihappo, palmitiinihappo, steariinihappo, öljyhappo ja linolihappo.

Useita menetelmiä tunnetaan taliamiinien valmistamiseksi, mutta tavanomaisin menetelmä teollisuudessa on rasvahapon konversio nitriiliksi ammoniakilla käsittelemällä, mitä seuraa nitriilin katalyyttinen hydraus primaariseksi, sekundaariseksi tai tertiaariseksi amiiniksi sopivasti reaktio-olosuhteita säätämällä. Taliamineja, sekä di(hydrattu tali)amiinia on kaupallisesti saatavana; esimerkiksi di(hydrattu tali)amineja on saatavana kauppanimellä Armeen 2HTTM (Akzo Chemicals, Chicago, Illinois).

Eri teitä on olemassa ftalamiinihappojen ja ftalamiinihapposuolojen valmistamiseksi. US-patenttijulkaisussa nro 4 402 708 N,N-diarasidyyliftalamiinihappoa valmistettiin lisäämällä ftaalihappoanhydridiä amiinin 40-%:iseen liuokseen tolueenissa moolisuhteessa 1:1 80 °C:ssa. Tuote otettiin talteen kuivaamalla tyhjössä 50 °C:ssa 0,05 mmHg:ssä 20,5 tunnin ajan. Havaittiin ftaalihappoanhydridin sublimaatiota. Tässä menetelmässä ei mainita ammoniumsuolan läsnäolosta saadussa tuotteessa.

US-patenttijulkaisussa nro 4 402 708 kuvataan menetelmää N,N-dioktadesyyliftalamiinihappodioktadesyyliammoniumsuolan ja N,N-diarasidyyliftalamiinihappodiarasidyyliammoniumsuolan valmistamiseksi. Ftaalihappoanhydridiä lisättiin amiinin 10-%:iseen liuokseen tolueenissa anhydridin ja amiinin moolisuhteessa 1:2. Tuote otettiin talteen suodattamalla ja kalvohaihduttamalla 1:1 tolueeni/n-heptaaniliuos 55 °C:ssa, 40 mmHg.

Ftalamiinihappoja on samoin valmistettu sulattamalla ftaalihappoanhydridi 131 °C:ssa ja lisäämällä sitten sulatettu sekundaarinen amiini. Reagoivat aineet lisätään ekvimolaarisessa suhteessa. Tässä menetelmässä käytetyssä lämpötilassa, 131 °C, tapahtuu ylimääräisen ftaalihappoanhydridin sublimatio ja havaitaan lisäänty-

nyttä tuotteen hajoamista. Tässä menetelmässä ei mainita ammoniumsuolan läsnäolosta saadussa tuotteessa.

5 Ftalamiinihappoja on valmistettu lisäämällä sekundaarisen amiinin liuos isopropanolissa 78 °C:ssa ftaalihappoanhydridi/isopropanoli-lietteeseen 78 °C:ssa 1:1 ftaalihappoanhydridi/amiini-moolisuhteessa, minkä jälkeen suoritetaan liuottimen tyhjötislaus. Tässä menetelmässä käytetään isopropanolia reaktioliuottimena. Isopropanoli, sekundaarinen amiini, reagoi ftaalihappoanhydridin kanssa, jolloin saadaan ftaalihapon isopropyyylimonoesteri. 10 78 °C:ssa aina 40 % tuotteesta voi olla tätä esterä.

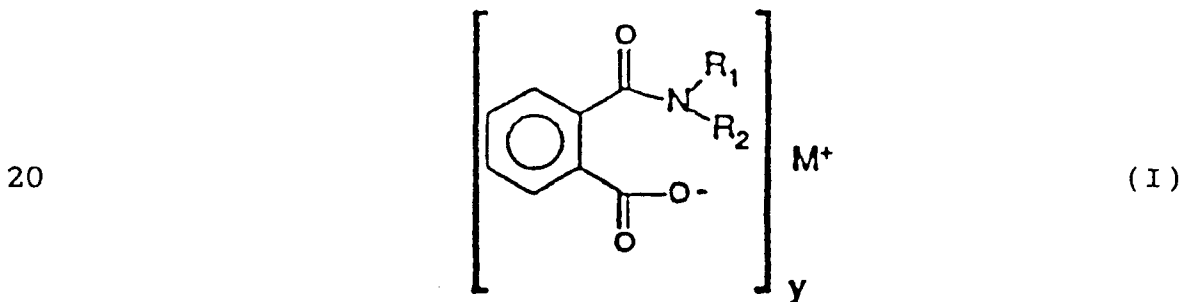
Kussakin näistä menetelmistä muodostuu halutun ftalamiinihapon ja ammoniumftalamaattisuolan seos. Kuitenkaan näissä menetelmissä ei mainita ammoniumsuolan 15 läsnäolosta saadussa tuotteessa.

Kuitenkin vaikka erilaisia amidokarboksyhydisteitä, mukaan lukien tiettyjä rasvahappoftalamaatteja, voidaan ehdottaa tietyillä aloilla, ja joitakin nopeasti hajoavia emulsioita voidaan ehdottaa henkilökohtaisen hoidon tuotteisiin sekä joitakin lateksipolymerisaatio-pinta-aktiivisia aineita, jotka kykenevät muodostamaan vettä 20 sietäviä kalvoja tai päällysteitä, saatetaan tuntea, pinta-aktiivisten aineiden alalla ei ole aiemmin tunnistettu spesifisiä materiaaleja, synteeseitä ja käyttöjä, jotka julkistetaan tässä, ja joilla on ylivertaiset pinta-aktiivinen aine/emulgaattori-ominaisuudet, jotka ovat hyödyllisiä laajassa valikoimassa teknisiä käyttösovellutuksia, mukaan lukien pinta-aktiiviset aineet sinänsä, emäksen suhteen stabiilit pinta-aktiiviset aineet, kloorin suhteen stabiilit pinta-aktiiviset aineet, nopeasti hajoavat emulgaattorit henkilökohtaisen hoidon tuotteisiin, 25 emulgaattorit maatalouskemikaaleihin, kotona käytetyt kankaan pehmenysaineet, tuhoutuvat lateksipolymerisaatio-pinta-aktiiviset aineet, kotona käytettävät pesuainelisiä aineet, emulgaattorit portlandsementtiin ja betoniin, 30 35

flotaatio-/rikastus-lisäaineet erilaisille malmeille, li-
 sääaineet galvanointi- ja/tai pintaviimeistelykylypyihin me-
 tallitavaroille, lisäaineet rappauksiin, kipsiin ja se-
 kalaisiin rakennusmateriaaleihin, lisäaineet aiempaa pa-
 rempiin öljyntalteenottokoostumuksiin, kostutus- ja voi-
 telu-pinta-aktiiviset aineet tekstiilien käsittelyyn,
 sulppua sulattavat lisäaineet, pinta-aktiiviset aineet
 polyuretaani/isosyanuraattivahtokoostumukseen, valumis-
 pistettä laskeva aine raskasliikkeisten raakaöljyjen kul-
 jettamiseksi, teolliset pinta-aktiiviset aineet laajan
 valikoiman öljyisiä materiaaleja emulgoimiseksi, suspen-
 doimisaineet erilaisille hiukkasmateriaaleille jne.

Yhteenveto keksinnöstä

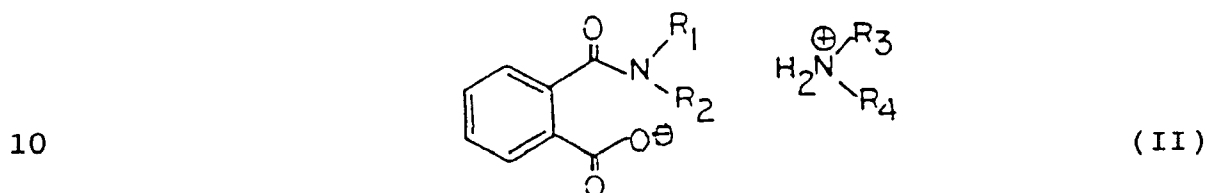
Keksintö antaa käyttöön pinta-aktiivisia aineita,
 joiden yleinen kaava on:



jossa R_1 ja R_2 ovat toisistaan riippumatta ryhmästä, jonka
 muodostavat oleellisesti H tai C_1 - C_{40} -suoraketjuiset tai
 -haarautuneet, substituoidut tai substituomattomat alkyyli-,
 sykloalkyyli-, alkyleeni-, alkaryyli-, aryyli- tai
 R_3 -O- R_4 -ryhmät ja niiden seokset, jolloin R_3 ja R_4 ovat
 toisistaan riippumatta ryhmästä, jonka muodostavat oleel-
 lisesti C_1 - C_{22} -suoraketjuiset tai -haarautuneet, substituoi-
 dut tai substituomattomat alkyyli-, sykloalkyyli-, alkyl-
 leeni-, alkaryyli- ja aryyli-ryhmät; y on kokonaisluku,
 jonka arvo tyydyttää M :n valenssin; ja M on kationi; syn-
 teesiteitä tällaisen pinta-aktiivisen aineen tuottamiseksi
 suhteellisen korkeina saantoina käyttäen vähäistä tai

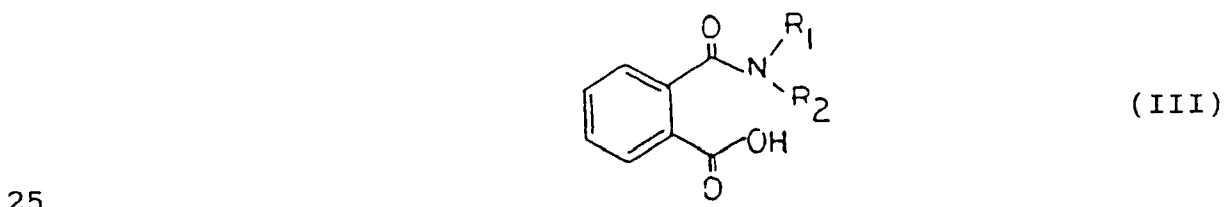
käyttämättä puhdistusta, sekä menetelmiä näiden pinta-aktiivisten aineiden käyttämiseksi.

Esillä oleva keksintö antaa myös käyttöön pinta-aktiivinen aine -liuoksia, jotka käsittävät tehokkaan määrän suolaa, jonka yleinen kaava on seuraava:



jossa R_1 , R_2 , R_3 ja R_4 ovat identtiset tai erilaisia ja ovat suoraketjuisia tai haarautuneita alkyyliryhmiä, joissa on 10 - 40 hiiliatomia, tai aryyli-suoraketjuisia tai -haarautuneita alkyyliryhmiä, joissa on 10 - 40 hiiliatomia.

Esillä oleva keksintö antaa samoin käyttöön pinta-aktiivinen aine -liuoksia, jotka käsittävät tehokkaan pinta-aktiivisen määrän happoa, jonka yleinen kaava on seuraava:



jossa R_1 ja R_2 ovat identtiset tai erilaisia ja ovat suoraketjuisia tai haarautuneita alkyyliryhmiä, joissa on 10 - 40 hiiliatomia, tai aryyli-suoraketjuisia tai -haarautuneita alkyyliryhmiä, joissa on 10 - 40 hiiliatomia.

Esillä oleva keksintö antaa samoin käyttöön pinta-aktiivinen aine -liuoksia, jotka käsittävät tehokkaan pinta-aktiivisen määrän edeltävän kaavan II mukaisen suolan ja kaavan III mukaisen hapon seosta.

Lisäksi esillä oleva keksintö antaa käyttöön formuloituja hoitavia shampoita, jotka käsittävät tehokkaan hoitavan määrän kaavan II mukaista suolaa. Keksintö antaa edelleen käyttöön formuloidun hoitavan shampoon, joka käsittää tehokkaan hoitavan määrän edeltävän kaavan II mukaisen suolan ja edeltävän kaavan III mukaisen happosuolan seosta.

Esillä oleva keksintö antaa samoin käyttöön emulgaattoriliuoksia, jotka käsittävät tehokkaan emulgoivan määrän edeltävän kaavan I mukaista suolaa. Esillä oleva keksintö antaa samoin käyttöön emulgaattoriliuoksia, jotka käsittävät tehokkaan emulgoivan määrän edeltävän kaavan I mukaisen suolan ja edeltävän kaavan II mukaisen hapon seosta.

Nämä pinta-aktiiviset aineet ovat käyttökelpoisia pinta-aktiivisinä aineina sinänsä, emästen suhteen stabiileina pinta-aktiivisinä aineina, kloorin suhteen stabiileina pinta-aktiivisinä aineina, kosmeettisina emulgaattoreina henkilökohtaisen hoidon tuotteeseen, kuten ihovoiteet, ihovedet, hiustenhoitoaineet jne., nopeasti hajoavina ihonhoitotuote-emulgaattoreina; emulgaattoreina maatalouskemikaaleissa, kotona käytettävänä kankaan pehmenysaineina; tuhoutuvina lateksipolymerisaatio-pinta-aktiivisinä aineina päällystys- ja/tai liimaussysteemeissä, kotona käytetyn pesuaineen lisäaineina, kuten korkeatehopesuaineissa, kevyttehopesuaineissa, astiainpesuaineissa, erilaisissa kovien pintojen puhdistusaineissa jne.; emulgaattoreina portlandsementtiin ja betoniin; flotaatio-/rikastuslisäaineina erilaisille malmeille; lisäaineina galvanointi- ja/tai pinnanviimeistelykylvyissä metallitavaroille; lisäaineina rappaukseen, kipsiin ja sekalaisiin rakennusmateriaaleihin; aiempaa parempina öljyntalteeottolisäaineina; kostutus- ja voitelu-pinta-aktiivisinä aineina tekstiilin käsittelyssä; sulppua sulattavina lisäaineina; pinta-aktiivisinä aineina polyuretaa-

ni/isosyanuraattivaahdosysteemeissä; valumispistettä alentavina aineina raskasliikkeisten raakaöljyjen kuljettamiseksi; teollisina pinta-aktiivisina aineina laajan valikoiman öljymäisiä materiaaleja emulgoimiseksi; stabilisaattoreina alhaisessa lämpötilassa rasvahappoalkoholi/vesi-emulsioissa; suspendoimisaineina erilaisille hiukkasmateriaaleille, kuten kivihiiliterva, rikki tai kivihiili; jne.

Täten esillä olevan keksinnön päämääränä on antaa käyttöön pinta-aktiivisia aineita, joiden yleinen kaava on edeltävä kaava (I). Keksinnön tämän piirteen tietyissä suoritusmuodoissa R_1 ja R_2 valitaan toisistaan riippumatta ryhmästä, jonka muodostavat oleellisesti H tai C_1-C_{30} -suoraketjuiset tai -haarautuneet, substituoidut tai substituoimattomat alkyyli-, sykloalkyyli-, alkyleeni-, alkaryyli-, aryyli- tai R_3-O-R_4 -ryhmät, jolloin R_3 ja R_4 valitaan toisistaan riippumatta ryhmästä, jonka muodostavat oleellisesti C_1-C_{22} -suoraketjuiset tai -haarautuneet, substituoidut tai substituoimattomat alkyyli-, sykloalkyyli-, alkyleeni-, alkaryyli- ja aryyli-ryhmät. Edullisemmissä suoritusmuodoissa R_1 ja R_2 valitaan toisistaan riippumatta ryhmästä, jonka muodostavat oleellisesti H tai C_1-C_{22} -, ja edullisemmin valitaan ryhmästä, jonka muodostavat H tai C_1-C_{18} -alkyyli-ryhmät. Kationi M valitaan edullisesti ryhmästä, jonka muodostavat oleellisesti H, Na, K, NH_4 (mukaan lukien $(CH_3CH_2)_3NH$, $(CH_3CH_2)_2NH_2$, $(HOCH_2CH_2)_3NH$, $(HOCH_2CH_2)_2NH_2$ ja samankaltaiset ammoniumjohdannaiset), Ba, Ca, Mg, Al, Ti, Zr ja mainittujen seokset, ja edelleen edullisemmin valitaan ryhmästä, jonka muodostavat oleellisesti H, Na, K, NH_4 (mukaan lukien $(CH_3CH_2)_3NH$, $(CH_3CH_2)_2NH_2$, $(HOCH_2CH_2)_3NH$, $(HOCH_2CH_2)_2NH_2$ ja samankaltaiset ammoniumjohdannaiset) ja mainittujen seokset. Spesifisiä edullisia mallisuoritusmuotoja keksinnön tästä piirteestä ovat:

natrium-N-dodesyyliftalamaatti;
 natrium-N-oktadesyyliftalamaatti;
 natrium-N-heksadesyyliftalamaatti;
 natrium-N-taliftalamaatti;
 5 natrium-N-kookosftalamaatti;
 natrium-N-isododesyylioksiipropyyliftalamaatti;
 natrium-N-metyyli-N-dodesyyliftalamaatti;
 natrium-N-metyyli-N-oktadesyyliftalamaatti;
 natrium-N-metyyli-N-heksadesyyliftalamaatti;
 10 natrium-N-metyyli-N-taliftalamaatti;
 natrium-N-metyyli-N-kookosftalamaatti;
 N,N-di(hydrattu tali)ftalamiinihappo;
 N,N-di(hydrattu tali)ftalamiinihappodi(hydrattu
 tali)ammoniumsuola;

15 mainittujen seokset sekä niiden vastaavat kalium-,
 ammonium-, trietyyliammonium- ja trietanoli ammoniumsuo-
 lat. Tietyt edeltävistä pinta-aktiivisista aineista (I)
 ovat stabiileja emäksen suhteen, eli ne toimivat eivätkä
 hajoa suhteellisen korkean pH:n ympäristöissä, kun taas
 20 tietyt dialkyyli-pinta-aktiiviset aineet ovat stabiileja
 kloorin suhteen, eli ne toimivat eivätkä hajoa ympäris-
 töissä, joissa kloori-ionipitoisuus on suhteellisen kor-
 kea.

25 Keksinnön edelleen seuraava päämäärä on antaa
 käyttöön menetelmiä edeltävän kaavan (I) mukaisten pinta-
 aktiivisten aineiden tuottamiseksi. Keksinnön tämän piir-
 teen mukaisissa tietyissä edullisissa suoritusmuodoissa
 sulatettu ftaalihappoanhydridi voidaan saattaa kosketuk-
 siin ainakin primaarisen (R_5NH_2) amiinin kanssa, jossa R_5
 30 valitaan ryhmästä, jonka muodostavat oleellisesti C_1-C_{40} -
 suoraketjuiset tai -haarautuneet, substituoidut tai subs-
 tituoimattomat alkyyli-, sykloalkyyli-, alkyleeni-, alka-
 ryyli-, aryyli- tai R_3-O-R_4 -ryhmät, jolloin R_3 ja R_4 vali-
 taan toisistaan riippumatta ryhmästä, jonka muodostavat
 35 oleellisesti C_1-C_{22} -suoraketjuiset tai -haarautuneet,

substituoidut tai substituoimattomat alkyyli-, sykloalkyyli-, alkyleeni-, alkaryyli- ja aryyli-ryhmät, reaktio-olosuhteissa, jotka johtavat imidin muodostumiseen anhydridin ja amiinin välillä, jolloin nukleofiilinen lähde,

5 josta saadaan kationi, joka on ryhmästä, joka koostuu oleellisesti Na:sta, K:sta, NH_4 :stä ja mainittujen seok-
 sista, voidaan lisätä imidiin reaktio-olosuhteissa, jotka johtavat vastaavien alkalisuolojen muodostukseen. Tämän suoritusmuodon tietyissä muodoissa maa-alkalimetallin

10 hydroksidi voidaan lisätä, nukleofiilisen lähteen lisäämisen jälkeen, vastaavan maa-alkalimetallisuolan muodostamiseksi. Lisäksi tämän suoritusmuodon edelleen muissa muodoissa mineraalihappoa voidaan lisätä alkalimetallisuolan muodostuksen jälkeen ja sitten metallin C_1 - C_4 -alkoksidia, jolloin metalli valitaan ryhmästä, jonka muodostavat oleellisesti Al, Ti, Zr ja mainittujen seokset, tai ainakin yhtä amiinia, voidaan lisätä vastaavan suolan muodostamiseksi. Keksinnön tämän piirteen mukaisissa muissa edullisissa suoritusmuodoissa sulatettu ftalilihap-

20 poanhydridi voidaan saattaa kosketuksiin ainakin sekundaarisen ($\text{R}_5\text{R}_6\text{NH}$) amiinin kanssa, jossa R_5 ja R_6 valitaan toisistaan riippumatta ryhmästä, jonka muodostavat oleellisesti C_1 - C_{40} -suoraketjuiset tai -haarautuneet, substituoidut tai substituoimattomat alkyyli-, sykloalkyyli-, alkyleeni-, alkaryyli-, aryyli- tai R_3 -O- R_4 -ryhmät, jol-

25 loin R_3 ja R_4 valitaan toisistaan riippumatta ryhmästä, jonka muodostavat oleellisesti C_1 - C_{22} -suoraketjuiset tai -haarautuneet, substituoidut tai substituoimattomat alkyyli-, sykloalkyyli-, alkyleeni-, alkaryyli- ja aryyli-ryhmät, reaktio-olosuhteissa, jotka johtavat ftalamiini-
 30 hapon muodostumiseen anhydridin ja amiinin välillä, jolloin lähdettä, josta saadaan kationi, joka on ryhmästä, jonka muodostavat oleellisesti Na, K, NH_4 (mukaan lukien $(\text{CH}_3\text{CH}_2)_3\text{NH}$, $(\text{CH}_3\text{CH}_2)_2\text{NH}_2$, $(\text{HOCH}_2\text{CH}_2)_3\text{NH}$, $(\text{HOCH}_2\text{CH}_2)_2\text{NH}_2$ ja samankaltaiset ammonium johdannaiset), Ba, Ca, Mg, Al, Ti,

35

- Zr ja mainittujen seokset, voidaan lisätä ftalamiinihappoon vastaavan suolan muodostamiseksi. Keksinnön tämän piirteen mukaisissa edelleen muissa edullisissa suoritusmuodoissa ftaalihappoanhydridi voidaan saattaa kosketuksiin tertiaarisen C_1 - C_{40} -amiinin kanssa seoksen näistä saamiseksi ja seokseen voidaan lisätä primaarinen tai sekundaarinen (R_5R_6NH) amiini, jossa R_5 ja R_6 valitaan toisistaan riippumatta ryhmästä, jonka muodostavat oleellisesti H tai C_1 - C_{40} -suoraketjuiset tai -haarautuneet, substituoidut tai substituoimattomat alkyyli-, sykloalkyyli-, alkyleeni-, alkaryyli-, aryyli- tai R_3 -O- R_4 -ryhmät, jolloin R_3 ja R_4 valitaan toisistaan riippumatta ryhmästä, jonka muodostavat oleellisesti C_1 - C_{22} -suoraketjuiset tai -haarautuneet, substituoidut tai substituoimattomat alkyyli-, sykloalkyyli-, alkyleeni-, alkaryyli- ja aryyli-ryhmät, reaktio-olosuhteissa, jotka johtavat alkyyli-ftalamaattisuolan muodostumiseen. Primaarinen tai sekundaarinen (R_5R_6NH) amiini voidaan lisätä jälkikäteen tai oleellisesti samanaikaisesti tertiaarisen amiinin kanssa.
- Keksinnön seuraava päämäärä on antaa käyttöön edeltävän yleisen kaavan (I) mukainen elintarvike-emulgaattori; sekä elintarvikekoostumus, joka voi koostua noin 0,01 - noin 5,0 paino-%:sta elintarvike-emulgaattoria ja määrästä, joka on aina noin 99,99 paino-%, elintarvikelaatunateriaalia; sekä menetelmä valmistetun elintarvikkeen tuottamiseksi, jolloin valittuihin ei-valmistettuihin elintarvikeainesosiin voidaan sekoittaa aktiiviseksi ainesosaksi noin 0,01 - noin 5,0 % edeltävän kaavan (I) mukaista elintarvike-emulgaattoria, minkä jälkeen saatuun seokseen kohdistetaan valmistusolosuhteet, jotka riittävät tuottamaan valmistetun elintarvikkeen. Keksinnön tämän piirteen mukaisissa tietyissä edullisissa suoritusmuodoissa edeltävän kaavan (I) mukainen elintarvike-emulgaattori käsittää lajin, jossa R_1 ja R_2 valitaan toisistaan riippumatta ryhmästä, jonka muodostavat oleellisesti H tai

C_1 - C_{18} -alkyyli-ryhmät ja mainittujen seokset, ja kationi on natrium tai kalium.

Keksinnön edelleen seuraava päämäärä on antaa käyttöön edeltävän yleisen kaavan (I) mukainen emulgaattori ihonhoitotuotteisiin; liuottimia sietävä ihonhoitokoostumus, joka voi käsittää noin 0,01 - noin 10,0 % edeltävän yleisen kaavan (I) mukaista primaarista emulgaattoria, noin 0,01 - noin 10,0 % sekundaarista emulgaattoria ja riittävän määrän pehmitintä pehmitin/emulgaattori-suhteen saamiseksi, joka on noin 3:1 - noin 30:1. Tämän suoritusmuodon tietyissä muodoissa ihonhoitokoostumukset voivat olla suhteellisen suolaa sietäviä. Tämän keksinnön tämän piirteen mukaisissa edelleen muissa suoritusmuodoissa ihonhoitokoostumuksen pH-arvo voi olla noin 5 - noin 12. Tietyissä edeltävän kaavan (I) mukaisen emulgaattorin ihonhoitotuotteisiin edullisissa muodoissa R_1 ja R_2 valitaan toisistaan riippumatta ryhmästä, jonka muodostavat oleellisesti H tai C_1 - C_{18} -alkyyli-ryhmät ja mainittujen seokset, ja M, kationi, voidaan valita ryhmästä, jonka muodostavat oleellisesti Na, K, NH_4 (mukaan lukien $(CH_3CH_2)_3NH$, $(CH_3CH_2)_2NH_2$, $(HOCH_2CH_2)_3NH$, $(HOCH_2CH_2)_2NH_2$ ja samankaltaiset ammoniumjohdannaiset), Ba, Ca, Mg, Al, Ti, Zr ja mainittujen seokset, ja edullisemmin voidaan valita ryhmästä, jonka muodostavat oleellisesti Na, K, NH_4 (mukaan lukien $(CH_3CH_2)_3NH$, $(CH_3CH_2)_2NH_2$, $(HOCH_2CH_2)_3NH$, $(HOCH_2CH_2)_2NH_2$ ja samankaltaiset ammoniumjohdannaiset) ja mainittujen seokset.

Keksinnön edelleen seuraava päämäärä on antaa käyttöön hiustenhoitokoostumus, joka käsittää noin 0,01 - noin 10,0 % hoitavaa pinta-aktiivista ainetta, jonka kaava on edeltävä yleinen kaava (I), noin 10 - noin 25 % hiuksia puhdistavaa materiaalia; ja q.s. 100 vesimateriaalia. Tämän hoitavan pinta-aktiivisen aineen tietyissä edullisissa suoritusmuodoissa R_1 ja R_2 valitaan toisistaan riippumatta ryhmästä, jonka muodostavat oleellisesti H tai

C₁-C₁₈-alkyyli-ryhmät ja mainittujen seokset. Spesifisiä mallisuoritusmuotoja hoitavista pinta-aktiivisista aineista hiustenhoitotuotteisiin tai -koostumuksiin ovat materiaalit, jotka valitaan ryhmästä, jonka muodostavat oleellisesti

- 5
 natrium-N-dodesyyli-*talamaatti*;
 natrium-N-oktadesyyli-*talamaatti*;
 natrium-N-heksadesyyli-*talamaatti*;
 natrium-N-tali-*talamaatti*;
 10 natrium-N-kookos-*talamaatti*, natrium-N-isododesyylioksipropyli-*talamaatti*, mainittujen seokset ja niiden vastaavat kalium-, ammonium-, trietyyliammonium- ja trietanoli-*talamaatti*suolat ja mainittujen seokset.

- Keksinnön erityisen kiinnostavan päämäärän mukaan
 15 ihmisen iholle levitetään suhteellisen suolaa sietävää, suhteellisen liuottimia sietävää ja suhteellisen nopeasti hajoavaa anionista öljy-vedessä kosmeettista koostumusta, jonka pH on noin 5 - 12, jolloin tällainen koostumus koostuu noin 0,01 - noin 10,0 %:sta primaarista, suhteellisen korkean HLT:n emulgaattoria, jonka kaava on edeltävä yleinen kaava (I); noin 0,01 - noin 10,0 %:sta sekundaarista, suhteellisen alhaisen HLT:n emulgaattoria; ja
 20 riittävästä määrästä pehmitintä pehmitin/emulgaattorisuhteen saamiseksi, joka on noin 3:1 - noin 30:1, valitulle ihon kohdalle; ja koostumusta hierotaan ihoalueelle suhteellisen lyhyen ajan, joka on riittävä rikkomaan koostumuksen ja mahdollistamaan pehmittimen tunkeutumisen ihoalueelle. Keksinnön tämän piirteen jossain määrin samankaltaisen suoritusmuodon mukaan hiuksia hoidetaan tai käsitellään (takkujen, sotkeumien jne. välttämiseksi) le-
 25 vittämällä märkiin hiuksiin shampookoostumusta, joka käsittää noin 0,05 - noin 10,0 % veteen dispergoituvaa anionista pinta-aktiivista ainetta, jonka kaava on edeltävä yleinen kaava (I); noin 10 - noin 25 % hiuksia puhdistavaa materiaalia; ja q.s. 100 vesimateriaalia; täl-
 30
 35

lainen shampookoostumus sekoitetaan märkiin hiuksiin, minkä jälkeen saadut hiukset huuhdotaan vedellä tai vesiliuoksella kaiken vapaan shampookoostumuksen oleelliseksi poistamiseksi.

5 Keksinnön eräs päämäärä on myös antaa käyttöön emulgoitu öljy-vedessä-koostumus, joka käsittää noin 0,1 - noin 10,0 % suhteellisen korkean HLT:n emulgaattoria, jonka kaava on edeltävä yleinen kaava (I); noin 0,01 - noin 10,0 % suhteellisen alhaisen HLT:n emulgaattoria; aina noin 80 % öljyistä materiaalia; ja q.s. 100 vettä. Öljyinen materiaali voidaan edullisesti valita ryhmästä, jonka muodostavat oleellisesti raakaöljy, tislattu raakaöljy, raskas parafiiniöljy, asfalteeniöljy, pellavan-
10 siemenöljy, mäntyöljy, soi-japapuöljyalkydi, pellavan-
15 siemenöljyalkydi, mineraaliöljy, vaseliini, isopropyyli-palmitaatti, isopropyyli-myristaatti, kapryyli-/kapriini-triglyseridi, lanoliini, asetyloitu lanoliinialkoholi, dimetikoni, hydrattu kasviöljy, seesaminsiemenöljy, saflo-riöljy, avokadoöljy, glyseriini, propyleeniglykoli, sor-bitoli, C₁₂-C₁₆-alkoholibentsoaatit, syklometikoni, dimeti-
20 koni, kaakaovoi, vitamiini-E-asetaatti, skvalaani, nat-riumpyrolidonikarboksyylihappo, metyyli-glukoosieetteri, pantenoli, melaniini, mainittujen seokset jne.

 Keksinnön edelleen seuraava päämäärä on antaa
25 käyttöön emulgaattori, jonka kaava on edeltävä yleinen kaava (I), maatalouskemikaaleihin ja maatalouden kemial-lisiin koostumuksiin, jotka käsittävät yhdistelmänä mää-rän, joka on aina noin 10 paino-%, edeltävää emulgaatto-ria ja tehokkaan määrän aktiivista maatalouskemikaalia
30 sopivassa kantajassa, kuten öljy- tai vesisysteemissä. Keksinnön tämän suoritusmuodon erään piirteen mukaan ak-tiivista maatalousherbisidiä/-pestisidiä levitetään kas-vavalle sadolle siten, että vältetään levityksen jälkei-nen pesu, jolloin sen mukaan tuotetaan ruiskutettava
35 emulsio, joka sisältää tehokkaan määrän aktiivista maata-

lousherbisidiä/-pestisidiä sopivassa kantajassa ja määrän, joka on aina noin 10 %, tuhoutuvaa pinta-aktiivista ainetta, jonka kaava on edeltävä yleinen kaava (I); tällaisia emulsioita ruiskutetaan kasvavalle sadolle; ja
 5 ruiskutettuun emulsioon kohdistetaan ympäristön lämpötilaolosuhteet tietyn mittaisen ajan, jolloin pinta-aktiivinen aine muuttuu kemiallisesti siten, että saadusta maatalouden kemiallisesta koostumuksesta tulee oleellisesti vettä sietävä. Samoin haluttu kemiallinen muutos
 10 voidaan saada aikaan kohdistamalla ruiskutettuun satoon alle noin 5:n pH-ympäristö.

Keksinnön edelleen seuraava päämäärä on antaa käyttöön kankaan pehmennysaine, jonka kaava on edeltävä yleinen kaava (I), sekä menetelmä pehmeysominaisuuksien
 15 tuottamiseksi kankaisiin lisäämällä määrä tällaista pehmennysainetta vaatteisiin, joita ollaan pesemässä kotona käytettävässä pesukoneessa, dispergoimalla pinta-aktiivinen aine oleellisesti tasaisesti tällaisiin kankaisiin kauttaaltaan ja kuivaamalla kankaat. Keksinnön tämän piirteen tietyissä edullisissa suoritusmuodoissa pinta-aktiivinen aine voidaan lisätä koneen huuhtelusykliin ja tämän
 20 piirteen mukaisissa muissa edullisissa suoritusmuodoissa pinta-aktiivinen aine voidaan lisätä kotona käytettävien pesukoneiden pesusykliin pesuainekoostumuksen ohella. Keksinnön tämän piirteen tietyissä edullisissa suoritusmuodoissa R_1 ja R_2 edeltävässä kaavassa (I) voidaan valita ryhmästä, jonka muodostavat oleellisesti H tai C_1 - C_{18} -alkyyli-ryhmät ja mainittujen seokset, ja kationi edeltävässä koostumuksessa voidaan valita ryhmästä, jonka muodostavat oleellisesti Na, K, NH_4 (mukaan lukien $(CH_3CH_2)_3NH$, $(CH_3CH_2)_2NH_2$, $(HOCH_2CH_2)_3NH$, $(HOCH_2CH_2)_2NH_2$ ja samankaltaiset ammoniumjohdannaiset) ja mainittujen seokset.
 25
 30

Keksinnön tämän päämäärän mukainen piirros on kankaan pehmennysaine, joka on valmistettu saattamalla sulatettu ftaalihappoanhydridi kosketuksiin ainakin primaari-
 35

sen (R_5NH_2) amiinin kanssa, jolloin R_5 valitaan ryhmästä, jonka muodostavat oleellisesti C_1-C_{40} -suoraketjuiset tai -haarautuneet, substituoidut tai substituomattomat alkyyli-, sykloalkyyli-, alkyleeni-, alkaryyli- tai R_3-O-R_4 -ryhmät, joissa R_3 ja R_4 valitaan toisistaan riippumatta ryhmästä, jonka muodostavat oleellisesti C_1-C_{22} -suoraketjuiset tai -haarautuneet, substituoidut tai substituomattomat alkyyli-, sykloalkyyli-, alkyleeni-, alkaryyli- ja aryyli-ryhmät, reaktio-olosuhteissa, jotka johtavat imidin muodostukseen anhydridin ja amiinin välillä, ja imidiin lisätään nukleofiilinen lähde, josta saadaan kationi, joka on ryhmästä, jonka muodostavat oleellisesti Na, K, NH_4 ja mainittujen seokset, vastaavan alkalisuolan muodostamiseksi.

Keksinnön edelleen seuraava päämäärä on antaa käyttöön "tuhoutuva" lateksiemulsiopolymerisaatio-pinta-aktiivinen aine, joka valmistetaan saattamalla ftaalihappoanhydridi kosketuksiin ainakin tertiaarisen C_1-C_{40} -amiinin kanssa anhydridin ja amiinin seoksen saamiseksi, min-
kä jälkeen seokseen lisätään primaarinen tai sekundaarinen (R_5R_6NH) amiini, jolloin R_5 ja R_6 valitaan toisistaan riippumatta ryhmästä, jonka muodostavat oleellisesti H tai C_1-C_{40} -suoraketjuiset tai -haarautuneet, substituoidut tai substituomattomat alkyyli-, sykloalkyyli-, alkyleeni-, alkaryyli-, aryyli- tai R_3-O-R_4 -ryhmät, joissa R_3 ja R_4 valitaan toisistaan riippumatta ryhmästä, jonka muodostavat oleellisesti C_1-C_{22} -suoraketjuiset tai -haarautuneet, substituoidut tai substituomattomat alkyyli-, sykloalkyyli-, alkyleeni- ja aryyli-ryhmät, reaktio-olosuhteissa, jotka johtavat alkyyli-
ftalamaattisuolan muodostukseen. Keksinnön tämän piirteen tietyissä suoritusmuodoissa lateksipolymerisaatio-pinta-aktiivinen aine valmistetaan saattamalla sulatettu ftaalihappoanhydridi kosketuksiin ainakin primaarisen (R_5NH_2) amiinin kanssa, jolloin R_5 valitaan ryhmästä, jonka muodostavat oleellisesti C_1-C_{40} -suoraketjuiset tai

-haarautuneet, substituoidut tai substituomattomat alkyyli-, sykloalkyyli-, alkyleeni-, alkaryyli-, aryyli- tai R_3-O-R_4 -ryhmät, joissa R_3 ja R_4 valitaan toisistaan riippumatta ryhmästä, jonka muodostavat oleellisesti C_1-C_{22} -suoraketjuiset tai -haarautuneet, substituoidut tai substituomattomat alkyyli-, sykloalkyyli-, alkyleeni-, alkaryyli- ja aryyli-ryhmät, reaktio-olosuhteissa, jotka johtavat imidin muodostukseen anhydridin ja amiinin välillä, ja imidiin lisätään lähde, josta saadaan kationi, joka on ryhmästä, jonka muodostavat oleellisesti Na, K, NH_4 (mukaan lukien $(CH_3CH_2)_3NH$, $(CH_3CH_2)_2NH_2$, $(HOCH_2CH_2)_3NH$, $(HOCH_2CH_2)_2NH_2$ ja samankaltaiset ammoniumjohdannaiset) ja mainittujen seokset, vastaavan suolan muodostamiseksi. Tämän piirteen mukaisissa tietyissä edullisissa suoritusmuodoissa R_5 voidaan valita ryhmästä, jonka muodostavat oleellisesti C_1-C_{18} -alkyyli-ryhmät ja mainittujen seokset, ja kationi voi olla NH_4 (mukaan lukien $(CH_3CH_2)_3NH$, $(CH_3CH_2)_2NH_2$, $(HOCH_2CH_2)_3NH$, $(HOCH_2CH_2)_2NH_2$ ja samankaltaiset ammoniumjohdannaiset), mukaan lukien mainittujen seokset. Keksinnön tämän suoritusmuodon erään piirteen mukaan tuotetaan stabiili lateksikoostumus, joka on käyttökelpoinen erilaisissa pigmentin käsittävissä tai pigmenttiä vailla olevissa päällystys- tai liimasysteemeissä, jolloin sen mukaan valmistetaan oleellisesti tasainen seos etyleeni-ei-tyydyttyneistä monomeereistä, metakrylaattiestereistä, vinyyliestereistä ja muista tunnetuista lateksinmuodostusmonomeereistä, mukaan lukien käynnistimet, emäs, vettä ja tietty määrä pintaaktiivista ainetta, jonka kaava on edeltävä yleinen kaava (I); ja tällaiseen seokseen kohdistetaan emulsiopolymerisaatioreaktio suhteellisen stabiilin lateksin saamiseksi. Keksinnön tämän suoritusmuodon edelleen toisen piirteen mukaan tuotetaan lateksipolymeeripäällyste, joka oleellisesti ei sisällä vedelle herkkiä ainesosia, jolloin sen vaiheina valmistetaan suhteellisen stabiili lateksikoostumus kuten edellä esitetään käyttäen tai käyttämättä ha-

luttuja pigmenttejä, vaahdonestoaineita, mikrobivastaisia aineita jne., tällaista lateksia levitetään päällysteeksi pinnalle ja päällystettyyn pintaan kohdistetaan kuivausolosuhteet, joihin kuuluu lämpötila noin 10 - noin 300 °C:ssa, riittävän pitkän ajan mainittuun päällysteeseen sisältyvän pinta-aktiivisen aineen muuttamiseksi kemiallisesti tällaisen lateksipolymeeripäällysteen tekemiseksi oleellisesti vettä sietäväksi. Keksinnön tämän suoritusmuodon jossain määrin samankaltaisen piirteen mukaan tuotetaan liimapäällyste, joka oleellisesti ei sisällä vedelle herkkiä ainesosia, valmistamalla suhteellisen stabiili lateksikoostumus kuten edellä kuvattiin käyttäen tai käyttämättä erilaisia muita tunnettuja ainesosia, kuten alkoholiliuottimia, vaahdonestoaineita, mikrobivastaisia aineita jne., liimamassapäällyste levitetään pinnalle ja päällystettyyn pintaan kohdistetaan kuivausolosuhteet, joihin kuuluu lämpötila noin 10 - noin 300 °C, riittävän pitkän ajan päällysteen sisältämän pinta-aktiivisen aineen muuttamiseksi kemiallisesti liimapäällysteen tekemiseksi oleellisesti vettä sietäväksi. Keksinnön tämän piirteen mukaisessa erityisen edullisessa suoritusmuodossa lateksipolymerisaatio-pinta-aktiivinen aine (jota voidaan käyttää suoja-päällystesysteemeissä, liimasysteemeissä jne.) voidaan valmistaa saattamalla ftaalihappoanhydridi kosketuksiin ainakin tertiaarisen C_1 - C_{40} -amiinin kanssa samalla sekoittaen seoksen saamiseksi anhydridistä ja amiinista, johon seokseen lisätään primaarinen tai sekundaarinen (R_5R_6NH) amiini, jossa R_5 ja R_6 valitaan toisistaan riippumatta ryhmästä, jonka muodostavat oleellisesti H tai C_1 - C_{40} -suoraketjuiset tai -haarautuneet, substituoidut tai substituomattomat alkyyli-, sykloalkyyli-, alkyleeni-, alkaryyli-, ariyli- tai R_3 -O- R_4 -ryhmät, jolloin R_3 ja R_4 valitaan toisistaan riippumatta ryhmästä, jonka muodostavat oleellisesti C_1 - C_{22} -suoraketjuiset tai -haarautuneet, substituoidut tai substituomattomat alkyyli-, sykloalkyy-

li-, alkyleeni-, alkaryyli-, aryyli-ryhmät ja mainittujen seokset, reaktio-olosuhteissa, jotka johtavat alkyyliformalaattisuolan muodostukseen. Keksinnön tämän piirteen tietyissä edullisissa suoritusmuodoissa R_5 ja R_6 edeltävässä amiinissa voidaan valita toisistaan riippumatta ryhmästä, jonka muodostavat oleellisesti H tai C_1 - C_{18} -alkyyli-ryhmät ja mainittujen seokset.

Keksinnön edelleen seuraava päämäärä on antaa käyttöön menetelmä raakaöljyn, jonka viskositeetti on suhteellisen korkea, kuljettamiseksi, jonka mukaan valitusta raakaöljystä ja emulgaattorista, jonka kaava on edeltävä yleinen kaava (I), ja vedestä muodostetaan emulsio, jonka viskositeetti on suhteellisen alhainen, ja tällainen emulsio kuljetetaan pumpun tai trukin avulla haluttuun paikkaan, minkä jälkeen tällaisessa paikassa tällaiseen emulsioon kohdistetaan olosuhteet, jotka ovat riittävät emulgaattorin muuttamiseksi kemiallisesti tällaisen emulgaattorin "deaktivoimiseksi", jolloin emulsio tulee rikotuksi ja öljyn erottaminen seoksesta on helposti mahdollista. Keksinnön edeltävän piirteen tietyissä suoritusmuodoissa riittävät olosuhteet emulgaattorin muuttamiseksi kemiallisesti sen deaktivoimiseksi käsittävät emulsion kuumentamisen ainakin noin 100 °C:n lämpötiloihin. Keksinnön tämän piirteen edelleen tietyissä muissa suoritusmuodoissa riittävät olosuhteet emulgaattorin muuttamiseksi kemiallisesti sen deaktivoimiseksi käsittävät emulsion pH:n säätämisen arvoon alle noin 5. Keksinnön tämän piirteen seuraavassa edullisessa suoritusmuodossa kemiallisesti muutettu (deaktivoitu) emulgaattori otetaan talteen ja näin talteenotetun deaktivoitun emulgaattorin pH säädetään arvoon yli noin 7 mainitun emulgaattorin "reaktivoimiseksi" jatkokäyttöön raakaöljyn kuljetuksessa.

Keksinnön seuraava päämäärä on antaa käyttöön emulgaattori/dispergoimisaine raakaöljylle, jolloin emul-

gaattori/dispergoimisaineen kaava on edeltävä yleinen kaava (I).

Keksinnön edelleen seuraava päämäärä on antaa käyttöön parannus menetelmään tekstiilien puhdistamiseksi, jonka mukaan sekoitetaan määrä aina noin 50 % kostutusainetta/emulgaattoria tekstiilien puhdistuskylpyyn, jolloin kostutusaineiden/emulgaattorien kaava on edeltävä kaava (I). Jossain määrin samalla tavalla keksinnön päämäärä on antaa käyttöön parannuksia tekstiilien/kankaiden käsittelyyn, joissa parannuksissa käytetään emulgaattoreita/voiteluaineita/pehmenysaineita/dispergoimisaineita ja vastaavia, esimerkiksi kehräysviimeistelyssä, kuituviimeistelyssä, kehräyksessä, puolauksessa, värjäyksessä ja samankaltaisissa menetelmissä tai kylvyissä tai vastaavissa, lisäämällä käsittelymenetelmään/kylpyyn pinta-aktiivista ainetta, jonka kaava on edeltävä yleinen kaava (I).

Keksinnön edelleen seuraava päämäärä on antaa käyttöön parannus menetelmään sulpun valmistamiseksi lignoselluloosamateriaalista, kuten puulastuista, jolloin lastuja tai vastaavia käsitellään alkalisella liemellä valituissa lämpötila-, paine- ja aikaolosuhteissa sulpun saamiseksi, jonka Kappa-luku on valitulla alueella, jolloin parannuksen mukaan lisätään määrä aina noin 10 % pinta-aktiivista ainetta, jonka kaava on edeltävä yleinen kaava (I), alkaliseen selluloosan keittoliemeen, keittoliemi ja lignoselluloosamateriaali, josta ligniini on ainakin osittain poistettu, poistetaan laitteistosta ja keittoliemi materiaalista, josta ligniini on osittain poistettu, korvataan vedellä tai vesiliemellä sulpun saamiseksi, jonka Kappa-arvo on valitulla alueella. Luonnollisesti edeltäviä pinta-aktiivisia aineita sinänsä tai vesiliuoksessa voidaan ruiskuttaa puulastuille tai vastaaville ennen näiden lastujen käsittelyä alkalisella liemellä.

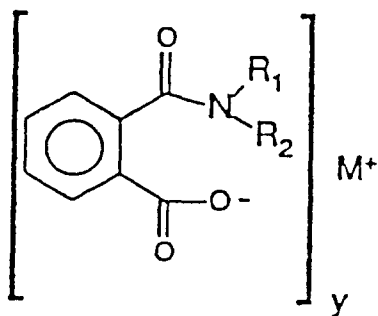
Keksinnön päämäärä on samoin antaa käyttöön parannus menetelmään polyuretaani/isosyanuraattivaahdon valmistamiseksi sekoittamalla määrä aina noin 10 % pinta-aktiivista ainetta, jonka kaava on edeltävä yleinen kaava (I), polyuretaani/isosyanuraattivaahdon muodostavaan koostumukseen, minkä jälkeen seoksesta muodostetaan vaahdot.

Keksintöjen muita ja edelleen lisää piirteitä, päämääriä ja suoritusmuotoja tulee ilmeisiksi alan ammattilaisille seuraavasta kuvauksesta ja oheisista patenttivaatimuksista.

Kuvaus edullisista suoritusmuodoista

Keksintö antaa käyttöön pinta-aktiivisia aineita, menetelmiä näiden pinta-aktiivisten aineiden tuottamiseksi, näitä pinta-aktiivisia aineita sisältäviä koostumuksia ja menetelmiä näiden pinta-aktiivisten aineiden käyttämiseksi erilaisissa teknisissä käyttösovellutuksissa.

Keksinnön periaatteiden mukaisesti esillä olevan keksinnön mukaiset pinta-aktiiviset aineet käsittävät yhdisteitä, joiden yleinen kaava on seuraava:

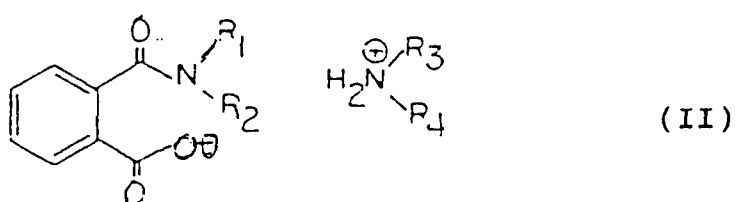


(I)

jossa R_1 ja R_2 valitaan toisistaan riippumatta ryhmästä, jonka muodostavat oleellisesti H tai C_1 - C_{40} -suoraketjuiset tai -haarautuneet, substituoidut tai substituomattomat alkyyli-, sykloalkyyli-, alkyleeni-, alkaryyli-, aryyli- tai R_3 -O- R_4 -ryhmät ja mainittujen seokset, jolloin R_3 ja R_4

valitaan toisistaan riippumatta ryhmästä, jonka muodostavat C_1-C_{22} -suoraketjuiset tai -haarautuneet, substituoidut tai substituomattomat alkyyli-, sykloalkyyli-, alkyleeni-, alkaryyli-, aryyli-ryhmät ja mainittujen seokset; y on kokonaisluku, jonka arvo tyydyttää M:n valenssin; ja M on kationi.

Täten esillä oleva keksintö käsittää formuloituja hoitavia shampoita, jotka käsittävät suoloja, joiden kaava on II:



15

jossa R_1 , R_2 , R_3 ja R_4 ovat identtiset tai erilaisia ja ovat suoraketjuisia tai haarautuneita alkyyli-ryhmiä, joissa on 10 - 40 hiiliatomia, tai aryyli-suoraketjuisia tai -haarautuneita alkyyli-ryhmiä, joissa on 10 - 40 hiiliatomia.

20

Esillä oleva keksintö käsittää samoin formuloituja hoitavia shampoita, jotka käsittää seoksen edeltävän kaavan II mukaista suolaa ja happoa, jonka kaava on III:



25

jossa R_1 ja R_2 ovat identtiset tai erilaisia ja ovat suoraketjuisia tai haarautuneita alkyyli-ryhmiä, joissa on 10 - 40 hiiliatomia, tai aryyli-suoraketjuisia tai -haarautuneita alkyyli-ryhmiä, joissa on 10 - 40 hiiliatomia.

30

Esillä olevan keksinnön mukaisen formuloidun hoitavan shampoon edullisessa suoritusmuodossa R_1 , R_2 , R_3 ja R_4

35

saadaan hydratusta talista. Koska tali on seos C-14- -
C-18-rasvahappoja, ja talista saadut amiinit ovat siten
seos taliamiineja, esillä olevassa keksinnössä käytetyt
ftalamiinihapot ja/tai niiden ammoniumsuolat voivat siten
5 käsittää R-ryhmiä, jotka ovat identtiset tai erilaisia.

Esillä olevan keksinnön mukaisen formuloidun hoi-
tavan shampoon erityisen edullisessa suoritusmuodossa
shampoo käsittää N,N-di(hydrattu tali)ftalamiinihappodi-
(hydrattu tali)ammoniumsuolaa. Esillä olevan keksinnön
10 toisessa erityisen edullisessa suoritusmuodossa shampoo
käsittää seoksen N,N-di(hydrattu tali)ftalamiinihappoa ja
N,N-di(hydrattu tali)ftalamiinihappodi(hydrattu tali)am-
moniumsuolaa.

Näiden ftalamiinihappoammoniumsuolojen ja ftala-
15 miinihappojen ja ftalamiinihappoammoniumsuolojen seosten
tehokas pitoisuus esillä olevan keksinnön formuloiduissa
hoitavissa shampoissa on noin 0,05 - noin 20 % aktiivi-
sena ainesosana laskettuna. Tällä hetkellä edullinen
käyttöpitoisuus vaikuttaa olevan noin 0,5 - 10 %. Erilai-
20 sia formuloituja shampoita esitetään taulukoissa K1, K2 ja
K3.

Esillä olevan keksinnön mukaisissa formuloiduissa
hoitavissa shampoissa, jotka käsittävät seoksen kaavan II
mukaista suolaa ja kaavan III mukaista happoa, hapon suhde
25 suolaan on noin 90:10 - noin 10:90. Edullinen hapon suhde
suolaan on noin 70:30 - noin 30:70.

Edelleen on todettu, että esillä olevan keksinnön
mukaisten shampoiden hoitavat ominaisuudet saadaan, kun
shampooseoksen pH säädetään arvoon noin 3,0 - noin 9,0.
30 Edullisempi pH-alue formuloiduissa shampoissa on noin
4,5 - 6,5.

Kuten voidaan nähdä taulukossa KA esitetyistä tu-
loksista, keksinnön mukaiset shampookoostumukset osoitti-
vat erittäin hyviä kaikenkaikkisia hoitavia ominaisuuksia,
35 sekä hoitavassa että hoitavassa/hilsettä vastusta-

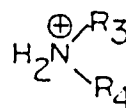
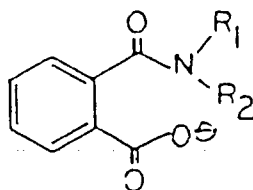
vassa koostumuksessa. Edelleen kuten ilmenee taulukossa KB esitetyistä tuloksista keksinnön mukaiset shampookoostumukset selvisivät helposti jäädytys/sulatus- ja stabiilisuustutkimuksista pH-alueella 3,0 - 9,0, jolloin puolestaan samankaltaiset koostumukset, jotka eivät sisältäneet keksinnön di(hydrattu tali)ftalamiinihappoa/ammoniumpuolijoja, epäonnistuivat.

Esillä olevan keksinnön mukaiset formuloidut hoitavat shampooot valmistetaan helposti käyttäen tavanomaisesta yksifaasi-, kuumamenetelmää. Hoitavien shampooiden valmistus käyttäen yksifaasi-, kuumamenetelmää on yksinkertaista ja siksi tämä menetelmä on edullisempi kuin monifaasimenetelmät.

Esillä olevan keksinnön mukaiset formuloidut hoitavat shampooot valmistetaan sisällyttämällä kaavan II mukaisia puoloja tai kaavan I mukaisten puolojen ja kaavan III mukaisten happojen seosta tyyppilliseen shampooohjaan kuten niihin, joita esitetään taulukoissa K1, K2 ja K3.

Ftalamiinihappojen ja ftalamiinihappoammoniumpuolujen tietyt seokset ovat samoin erinomaisia emulgaattoreita/suspendoimisaineita ei-haihtuville ja haihtuville silikoneille ja muille veteen liukenemattomille pehmittäville öljyille. Tämän teknologian käyttöä voidaan luonnollisesti laajentaa autovahakoostumuksiin, tekstiilivoiteluaineisiin, tekstiilien staattisen sähköön muodostusta estäviin aineisiin, kengänkiillokkeisiin, antiperspirantteihin, hiustenhoitoaineisiin (hiuksiin jätettävä tai poishuuhdettava tyyppi) ja silikonituotteiden muihin käyttöihin.

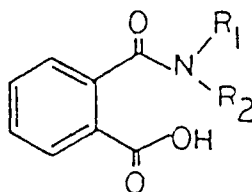
Edelleen keksintö antaa samoin käyttöön pinta-aktiivinen aine -liuoksia, jotka käsittävät tehokkaan pinta-aktiivisen määrän kaavan II mukaisia puoloja:



(II)

jossa R_1 , R_2 , R_3 ja R_4 ovat identtiset tai erilaiset ja ovat suoraketjuisia tai haarautuneita alkyyliryhmiä, joissa on 10 - 40 hiiliatomia, tai aryyli-suoraketjuisia tai -haarautuneita alkyyliryhmiä, joissa on 10 - 40 hiiliatomia.

Tämä keksintö antaa edelleen käyttöön pinta-aktiivinen aine -liuoksia, jotka käsittävät tehokkaan määrän seosta edeltävän kaavan II mukaisesta suolasta ja kaavan III mukaisesta haposta:



(III)

jossa R_1 ja R_2 ovat identtiset tai erilaisia ja ovat suoraketjuisia tai haarautuneita alkyyliryhmiä, joissa on 10 - 40 hiiliatomia, tai aryyli-suoraketjuisia tai -haarautuneita alkyyliryhmiä, joissa on 10 - 40 hiiliatomia.

Esillä olevan keksinnön mukaisia pinta-aktiivinen aine -liuoksia voidaan käyttää pinta-aktiivisina aineina sinänsä, emäksen suhteen stabiileina pinta-aktiivisina aineina, kloorin suhteen stabiileina pinta-aktiivisina aineina, kosmeettisina emulgaattoreina henkilökohtaisen hoidon tuotteissa, kuten ihovoiteet, ihovedet, hiustenhoitoaineet jne., nopeasti hajoavina ihonhoitotuote-emulgaattoreina; emulgaattoreina nestemäisissä käsi-, kasvo- ja kehosaippuoissa ja palasaippuoissa; emulgaattoreina maatalouskemikaaleissa, kotona käytettävänä kankaan peh-

mennysaineina; tuhoutuvina lateksipolymerisaatio-pinta-aktiivisina aineina päällyste- ja/tai liimasysteemeissä, kotona käytettävänä pesuainelisiä aineina, kuten korkeatehopesuaineissa, kevyttehopesuaineissa, astiainpesuaineissa, erilaisissa kovan pinnan puhdistusaineissa jne., emulgaattoreina portlandsementissä ja betonissa; flotatio-/rikastuslisäaineina erilaisille malmeille; lisäaineina galvanointi- ja/tai pinnanviimeistelykylvyissä metallitavaroille; lisäaineina rappauksessa, kipsissä ja sekalaisissa rakennusmateriaaleissa; aiempaa parempina öljyntalteenottolisäaineina; kostuttavina, voitelevina ja tunkeutumista edistävinä pinta-aktiivisina aineina tekstiilien käsittelyssä; sulppua sulattavina lisäaineina; pinta-aktiivisina aineina polyuretaani/isosyanuraattivaahdosysteemeissä; valumispistettä laskevina aineina raskasliikkeisten raakaöljyjen kuljetuksessa; teollisina pinta-aktiivisina aineina laajan valikoiman öljyisiä materiaaleja tai rasvaisia materiaaleja emulgoimiseksi, kuten pellavansiemenöljyt, alkydihartsit, polybutyleenit, silikonit, polysilikonit, silikonikumit jne.; alhaisen lämpötilan stabilisaattoreina rasva-alkoholi/vesi-emulsioissa; suspendoimisaineina erilaiselle hiukkasmateriaalille, kuten kivihiiliterva, rikki tai kivihiili; jne.

Näitä muistuttavia pinta-aktiivisia aineita ja pinta-aktiivinen aine -koostumuksia julkaisevat Goze et al., US-patenttihakemusjulkaisu nro 07/391 187, joka jätettiin 8. elokuuta 1989 saman hakijan nimissä kuin nyt kyseessä oleva patenttihakemus. Tämä julkaisu sisällytetään täten tähän viitteeksi.

Esillä oleva keksintö antaa myös käyttöön pinta-aktiivinen aine -liuoksia, jotka käsittävät seoksen kaavan I mukaista suolaa ja kaavan II mukaista happoa, jolloin hapon suhde suolaan on noin 90:10 - noin 10:90. Edullinen hapon suhde suolaan on noin 70:30 - noin 30:70.

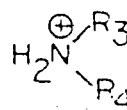
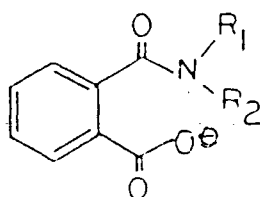
Keksintö antaa niinkään käyttöön pinta-aktiivinen aine-liuoksia, jotka käsittävät happoa tai suolaa sinänsä.

On samoin yllättäen todettu, että ftalamiinihappo-ammoniumsuolat toimivat erittäin hyvinä emulgaattoreina tai suspendoimisaineina aktiivisille ainesosille hilsettä vastustavissa shampoissa, kuten sinkkipyrititionille (ZPT) tyyppillisissä hilsettä vastustavissa shampoissa. Esimerkki hilsettä vastustavasta shampoosta, joka sisältää tyyppillistä kiinnostavaa ftalamiinihappoammoniumsuolaa, esitetään alla taulukossa K2. Vastaavasti hilsettä vastustavia shampookoostumuksia voidaan formuloida käyttäen muita hilsettä vastustavia aineita, kuten seleniumsulfidia, kolloidista tai jauhemaista rikkiä, kivihiilitervaseoksia jne. Tietyt kiinnostavat ftalamiinihappoammoniumsuolat toimivat myös emulgaattoreina ja suspendoimisaineina hoitavissa/hilsettä vastustavissa shampookoostumuksissa.

Esimerkki hoitavasta/hilsettä vastustavasta shampookoostumuksesta, joka sisältää ftalamiinihappoammoniumsuoloja, esitetään alla taulukossa K3. Tämän tyyppisten koostumusten on todettu antavan erinomaiset takkuja selviävät, märkäyhteensopivuuden, kuivayhteensopivuuden ja staattisen sähköön muodostusta kontrolloivat ominaisuudet hiustupoille laboratorio-olosuhteissa sekä ihmiskohteilla, joiden hiusprofiilit vaihtelevat, kauneussalonkiympäristössä. Nämä koostumukset osoittivat niinkään erinomaista pitkän aikajakson stabiilisuutta erilaisissa varastointilämpötiloissa, mukaan lukien kolme jäädytys/sulatus-sykliä. Ftalamiinihappoammoniumsuolojen tehokas pitoisuus suspendoimisaineena on noin 0,05 - noin 20,0 % aktiivisena ainesosana laskettuna. Tällä hetkellä edullinen käyttöpitoisuus vaikuttaa olevan noin 0,5 - 10 % aktiivisena ainesosana laskettuna.

Edelleen keksintö antaa samoin käyttöön emulgaattoriliuoksia, jotka käsittävät tehokkaan emulgoivan määrän kaavan II mukaisia suoloja:

5



(II)

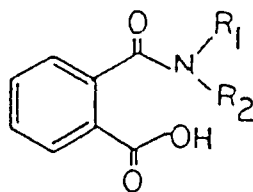
10

jossa R_1 , R_2 , R_3 ja R_4 ovat identtiset tai erilaisia ja ovat suoraketjuisia tai haarautuneita alkyyliryhmiä, joissa on 10 - 40 hiiliatomia, tai aryyli-suoraketjuisia tai -haarautuneita alkyyliryhmiä, joissa on 10 - 40 hiiliatomia.

15

Tämä keksintö antaa edelleen käyttöön emulgaattoriliuoksia, jotka käsittävät tehokkaan emulgoivan määrän seosta edeltävän kaavan I mukaisesta suolasta ja kaavan III mukaisesta haposta:

20



(III)

25

jossa R_1 ja R_2 ovat identtiset tai erilaisia ja ovat suoraketjuisia tai haarautuneita alkyyliryhmiä, joissa on 10 - 40 hiiliatomia, tai aryyli-suoraketjuisia tai -haarautuneita alkyyliryhmiä, joissa on 10 - 40 hiiliatomia.

30

Keksinnön tietyissä suoritusmuodoissa R_1 - ja R_2 -ryhmät edeltävässä kaavassa (I) ovat tyypillisesti hiilivetyryhmiä, ja niihin voi sisältyä ryhmiä, joissa yksi tai useampi hiiliatomi vastaavissa hiiliketjuissa on korvattu heteroatomilla, kuten esimerkiksi hapella ja/tai typellä. Edelleen keksinnön tietyissä suoritusmuodoissa aromaattinen ryhmä edeltävässä koostumuksessa voi olla substituoitu erilaisilla funktionaalisilla ryhmillä, joita ovat mainittuihin kuitenkin rajoittumatta halogenidit,

35

karboksyylihapot ja niiden johdannaiset, nitro, nitroso, amiinit, amidot, hydroksyyli, sulfonihapot ja niiden johdannaiset, alkyylit, eetterit, esterit, nitrilit ja mainittujen seokset.

- 5 Keksintöjen tietyissä suoritusmuodoissa kationin, M:n, edeltävässä kaavassa (I) valenssi voi olla 1 - noin 4 ja M voidaan valita ryhmästä, jonka muodostavat oleellisesti H, Na, K, NH_4 (mukaan lukien $(\text{CH}_3\text{CH}_2)_3\text{NH}$, $(\text{CH}_3\text{CH}_2)_2\text{NH}_2$, $(\text{HOCH}_2\text{CH}_2)_3\text{NH}$, $(\text{HOCH}_2\text{CH}_2)_2\text{NH}_2$ ja samankaltaiset ammoniumjohdannaiset), Ba, Ca, Mg, Al, Ti, Zr ja mainittujen seokset.
- 10 Keksinnön tietyissä edullisissa suoritusmuodoissa M voidaan valita ryhmästä, jonka muodostavat oleellisesti Na, K, NH_4 (mukaan lukien $(\text{CH}_3\text{CH}_2)_3\text{NH}$, $(\text{CH}_3\text{CH}_2)_2\text{NH}_2$, $(\text{HOCH}_2\text{CH}_2)_3\text{NH}$, $(\text{HOCH}_2\text{CH}_2)_2\text{NH}_2$ ja samankaltaiset ammoniumjohdannaiset) ja
- 15 mainittujen seokset.

- Edeltävän kaavan (I) mukaisen pinta-aktiivisen aineen tietyissä edullisissa suoritusmuodoissa R_1 ja R_2 voidaan toisistaan riippumatta valita ryhmästä, jonka muodostavat oleellisesti H tai C_1 - C_{30} -alkyyli-ryhmät, ja edullisemmin C_1 - C_{22} -alkyyli-ryhmät, ja M voidaan valita ryhmästä, jonka muodostavat oleellisesti Na, K, NH_4 (mukaan lukien $(\text{CH}_3\text{CH}_2)_3\text{NH}$, $(\text{CH}_3\text{CH}_2)_2\text{NH}_2$, $(\text{HOCH}_2\text{CH}_2)_3\text{NH}$, $(\text{HOCH}_2\text{CH}_2)_2\text{NH}_2$ ja samankaltaiset ammoniumjohdannaiset) ja mainittujen seokset.
- 20

- 25 Edeltävän kaavan (I) mukaisten pinta-aktiivisten aineiden erityisen edullisiin suoritusmuotoihin lukeutuvat yhdisteet, joissa R_1 ja R_2 voidaan valita toisistaan riippumatta ryhmästä, jonka muodostavat oleellisesti H tai C_1 - C_{18} -alkyyli-ryhmät ja M voidaan valita ryhmästä, jonka muodostavat oleellisesti H, Na, K, NH_4 (mukaan lukien $(\text{CH}_3\text{CH}_2)_3\text{NH}$, $(\text{CH}_3\text{CH}_2)_2\text{NH}_2$, $(\text{HOCH}_2\text{CH}_2)_3\text{NH}$, $(\text{HOCH}_2\text{CH}_2)_2\text{NH}_2$ ja samankaltaiset ammoniumjohdannaiset). Näillä edullisilla yhdisteillä on monia teknisiä käyttöjä, mukaan lukien puhdistusaineina, emulgaattoreina, kostutusaineina, voiteluaineina, pinta-aktiivisina aineina jne., sellaisissa
- 30
- 35

erilaisissa käyttösovellutuksissa kuin emäksen suhteen stabiilit pinta-aktiiviset aineet, jotka ovat käyttökelpoisia esimerkiksi tekstiilien puhdistuskylvyissä tai tekstiilien kehräysviimeistelymenettelyissä; kloorin suhteen stabiilit pinta-aktiiviset aineet, jotka ovat käyttökelpoisia esimerkiksi kovan pinnan puhdistusaineissa, jotka sisältävät valkaisuainetta, tai nestemäisissä astiainkonepesuaineissa, tai kotona käytettävissä pyykinpesukoostumuksissa, jotka sisältävät klooria, jne.; elintarvikeemulgaattoreina, jotka ovat käyttökelpoisia erilaisten syötävien öljyjen ja vastaavien emulgoimiseksi elintarvikekoostumuksiin, kuten leipomotuotteet, majoneesi, koiran-/kissanruoka, jne.; emulgaattoreina ihon-/hiustenhoitotuotteissa, ja käyttökelpoisia erilaisten ihon ja/tai hiusten käsittelyyn käytettyjen pehmittimien tai hoitavien/suojaavien aineiden emulgoimiseksi; kankaan pehmenysaineina kotipyykin käsittelemiseksi; teollisina emulgaattoreina, jotka ovat käyttökelpoisia erilaisten öljyisten materiaalien emulgoimiseksi, kuten raakaöljyt, pellavansiemenöljyt, vitamiiniasetaatit, jne.; mukaan lukien maatalouskemikaalit kuten öljyyn tai veteen liukoiset tai dispergoituvat pestisidit ja/tai herbisidit; lateksipolymerisaatio-pinta-aktiiviset aineet, jotka ovat käyttökelpoisia vettä sietävien pigmentti- ja/tai liimapäällysteiden tuottamiseksi, jne.; sulppua sulattavina lisäaineina; polyuretaani/polyisosyanuraattivaahdon pinta-aktiivisina lisäaineina, jne. Esimerkkejä keksinnön erityisen edullisista suoritusmuodoista ovat:

- natrium-N-dodesyyliftalamaatti;
- natrium-N-oktadesyyliftalamaatti;
- natrium-N-heksadesyyliftalamaatti;
- natrium-N-taliftalamaatti;
- natrium-N-kookosftalamaatti;
- natrium-N-isododesyylioksipropylyliftalamaatti;
- N,N-di(hydrattu tali)ftalamiinihappo;

N,N-di(hydrattu tali)ftalamiinihappodi(hydrattu tali)ammoniumsuola;

natrium-N-metyyli-N-oktadesyyliftalamaatti;

natrium-N-metyyli-N-heksadesyyliftalamaatti;

5 natrium-N-metyyli-N-taliftalamaatti;

natrium-N-metyyli-N-kookosftalamaatti; mainittujen seokset ja niiden vastaavat kalium-, ammonium-, trietyyliammonium- ja trietanoliammoniumsuolat.

10 Keksinnön suoritusmuotoihin kuuluu synteeseitä, jotka ovat käyttökelpoisia edeltävän kaavan (I) mukaisten pinta-aktiivisten aineiden valmistamiseksi suhteellisen korkeina saantoina siten, että puhdistusvaatimukset ovat vähäiset tai niitä ei ole lainkaan.

15 Tietyissä näistä suoritusmuodoista sulatettu ftaalihappoanhydridi voidaan saattaa kosketuksiin ainakin primaarisen (R_5NH_2) amiinin kanssa, jossa R_5 valitaan ryhmästä, jonka muodostavat oleellisesti C_1 - C_{40} -suoraketjuiset tai -haarautuneet, substituoidut tai substituomattomat alkyyli-, sykloalkyyli-, alkyleeni-, alkaryyli-,
20 aryyli- tai R_3 -O- R_4 -ryhmät, jolloin R_3 ja R_4 valitaan toisistaan riippumatta ryhmästä, jonka muodostavat oleellisesti C_1 - C_{22} -suoraketjuiset tai -haarautuneet, substituoidut tai substituomattomat alkyyli-, sykloalkyyli-, alkyleeni-, alkaryyli- ja aryyli-ryhmät, reaktio-olosuhteissa,
25 jotka johtavat imidin muodostukseen anhydridin ja amiinin välillä, minkä jälkeen saatuun imidiin lisätään nukleoofiilinen lähde, josta saadaan alkali- (eli Na-, K-, NH_4) kationi, reaktio-olosuhteissa, jotka johtavat vastaavan alkalisuolan muodostukseen. Tapauksissa, joissa halutaan maa-alkalimetallisuola, edeltävään alkalisuolaliuokseen
30 voidaan lisätä halutun maa-alkalimetallin hydroksidia vastaavan maa-alkalimetalli- (eli Ca-, Ba- tai Mg-) suolan muodostamiseksi. Jossain määrin samalla tavalla tapauksissa, joissa halutaan Al-, Ti- ja/tai Zr-suola, alkalisuolaliuos voidaan tehdä happamaksi, esimerkiksi li-

säämällä mineraalihappoa, ftalamiinihappo eristää ja saattaa reagoimaan Al:n, Ti:n, Zr:n C_1 - C_4 -alkoksidin tai niiden seosten kanssa, tai ainakin yksi C_1 - C_4 -amiini voidaan lisätä vastaavan suolan muodostamiseksi. Reaktio-olosuhteisiin, jotka johtavat imidin ja halutun suolan muodostukseen, kuuluu yleensä kuumennuksen käyttö noin 90 - noin 150 °C:ssa samalla sekoittaen, edullisesti inertissä ilmakehässä, kuten typpisuoja-kaasussa, jonkin mittaisen ajan, tyypillisesti ainakin noin 30 minuuttia ja vähemmän kuin noin 300 minuuttia. Imidin muodostamisen aikana vettä voidaan poistaa ja suolan muodostamisen aikana vettä voidaan lisätä.

Näistä suoritustavoista tietyissä muissa edeltävän kaavan (I) mukaisia pinta-aktiivisia aineita voidaan tuottaa saattamalla sulatettu ftaalihappoanhydridi kosketuksiin ainakin sekundaarisen (R_5R_6NH) amiinin kanssa, jossa R_5 ja R_6 valitaan toisistaan riippumatta ryhmästä, jonka muodostavat oleellisesti C_1 - C_{40} -suoraketjuiset tai -haarautuneet, substituoidut tai substituomattomat alkyyli-, sykloalkyyli-, alkyleeni-, alkaryyli-, aryyli- tai R_3 -O- R_4 -ryhmät, joissa R_3 ja R_4 määritellään kuten edellä, reaktio-olosuhteissa, jotka johtavat ftalamiinihapon muodostumiseen anhydridin ja amiinin välillä, minkä jälkeen lisätään lähde, josta saadaan kationi, joka on ryhmästä, jonka muodostavat oleellisesti Na, K, NH_4 (mukaan lukien $(CH_3CH_2)_3NH$, $(CH_3CH_2)_2NH_2$, $(HOCH_2CH_2)_3NH$, $(HOCH_2CH_2)_2NH_2$ ja samankaltaiset ammoniumjohdannaiset), Ba, Ca, Mg, Al, Ti, Zr ja mainittujen seokset, reaktio-olosuhteissa, jotka johtavat vastaavan suolan muodostukseen.

Edelleen tietyissä muissa näistä suoritustavoista edeltävän kaavan (I) mukaisia pinta-aktiivisia aineita voidaan valmistaa saattamalla ftaalihappoanhydridi kosketuksiin ainakin tertiaarisen C_1 - C_{40} -amiinin kanssa seoksen, tyypillisesti oleellisesti tasaisen seoksen, saamiseksi ja lisäämällä tällaiseen seokseen primaarinen tai sekundaari-

nen (R_5R_6NH) amiini, jolloin R_5 ja R_6 valitaan toisistaan riippumatta ryhmästä, jonka muodostavat oleellisesti H tai C_1-C_{40} -suoraketjuiset tai -haarautuneet, substituoidut tai substituomattomat alkyyli-, sykloalkyyli-, alkyleeni-, alkaryyli-, aryyli- tai R_3-O-R_4 -ryhmät, joissa R_3 ja R_4 määritellään kuten edellä, reaktioolosuhteissa, jotka johtavat alkyyliftalamaattisuolan muodostumiseen.

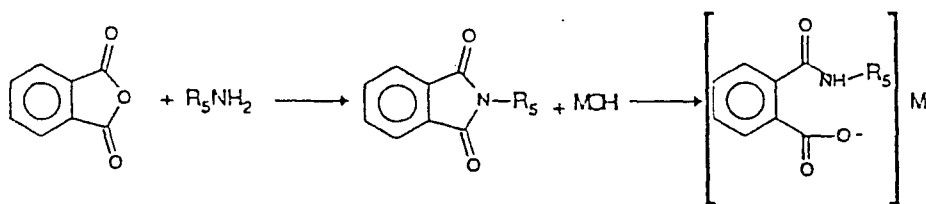
Tietyissä reaktiokaavioissa edeltävät vaiheet voidaan suorittaa peräkkäin tai oleellisesti samanaikaisesti.

Pitäen edeltävä yleinen käsittely mielessä nyt esitetään koko joukko keksinnön yksityiskohtaisia mallisuoritusmuotoja, jolloin alan ammattilaiset huomannevat, että seuraavat esimerkit ovat keksinnön ei-rajavia suoritusmuotoja ja ne on sisällytetty mukaan pelkästään keksinnön spesifiseksi havainnollistamiseksi.

Esimerkki I

Alkyyliftalamaatin synteesi käyttäen primaarisia amiineja

Koko joukko alkyyliftalamaatti-pinta-aktiivisia aineita valmistetaan ftaalihappoanhydridistä ja erilaisista primaarisista rasvahappoamiineista seuraavan reaktiokaavion mukaan:



jossa R_5 on C_1-C_{40} -suoraketjuinen tai -haarautunut, substituoitu tai substituomaton alkyyli-, sykloalkyyli-, alkyleeni-, alkaryyli-, aryyli- tai R_3-O-R_4 -ryhmä, jolloin R_3 ja R_4 valitaan toisistaan riippumatta C_1-C_{22} -suoraketjuisista tai -haarautuneista, substituoiduista tai subs-

tituoimattomista alkyyli-, sykloalkyyli-, alkyleeni-, alkaryyli- ja aryyli-ryhmistä ja M on alkalikationi (eli Na, K, NH_4 , jne.).

5 Kaikissa tämän esimerkin synteesisimenettelyissä va-
litut reagoivat aineet voidaan sijoittaa sopivaan reak-
tiokolviin, joka tyypillisesti on ehkä varustettu sekoit-
timella, Allihn-palautusjäähdyttimellä, Dean-Stark-lukol-
la, säädellyllä tuloputkella, joka on yhdistetty typpi-
kaasulähteeseen, lämpömittarilla ja lisäyssuppilolla tai
10 niiden vastineella. Ftaalihappoanhydridi voidaan sijoit-
taa reaktorikolviin, kuumentaa sulaksi (noin 131 °C),
yleensä typpisuoja-kaasussa, ja jokin määrä valittua ras-
vahappoamiinia voidaan saattaa kosketuksiin sulan ftaali-
happoanhydridin kanssa. Kuumentamista voidaan jatkaa ai-
15 kajakson ajan, joka on ainakin noin 30 minuutista noin 300
minuuttiin, jolloin veden poistumista edistetään huuhto-
malla tyypellä tai muulla inertillä kaasulla. Sen jälkeen
voidaan lisätä deionisoitua vettä ja reaktioseoksen lämpö-
tila voidaan säätää noin 100 °C:seen ja valittu nukleofii-
20 linen lähde, eli hydroksidi, josta saadaan haluttu katio-
ni, voidaan lisätä suhteellisen nopeasti. Tätä reaktio-
seosta voidaan kuumentaa samalla sekoittaen aikajakson
ajan, joka on ainakin noin 30 minuutista noin 300 minuut-
tiin, runsaan saannon, tyypillisesti noin 90 % tai enem-
25 män, saamiseksi alkyylifalamaattia, jota ei tarvitse puh-
distaa. Luonnollisesti haluttaessa voidaan suorittaa puh-
distus.

30 Ftaalihappoanhydridi on hyvin tunnettu kemikaali,
ja sitä on kaupallisesti saatavana esimerkiksi valmista-
jalta Stepan Company, Northfield, Illinois (esillä olevan
keksinnön hakija). Primaarisia rasvahappoamiineja tunne-
taan samoin hyvin ja niitä on kaupallisesti saatavana eri-
laisista lähteistä, esimerkiksi valmistajalta Aldrich Che-
mical Company.

Esimerkkejä primaarisista rasvahappoamiineista ovat: alkyyli-, sykloalkyyli- ja/tai alkyleeniamiinit, kuten heksyyliamiini, sykloheksolamiini, oktyyliamiini, desyyliamiini, dodesyyliamiini, tetradesyyliamiini, heksadesyyliamiini, oktadesyyliamiini, eikosyyliamiini, dokosyyliamiini, kookosamiini, taliamiini ja samankaltaiset suoraketjuiset tai haarautuneet, substituoidut tai substituomattomat alkyyli-, sykloalkyyli- tai alkyleenirasvahappoamiinit; alkaryyliamiinit, kuten 4-metyylianiiliini, 2,4-dimetyylianiiliini, 3,4-di-isopropyylianiiliini, 3,5-dimetyylianiiliini ja samankaltaiset suoraketjuiset tai haarautuneet, substituoidut tai substituomattomat alkaryyllirasvahappoamiinit; aryyliamiinit kuten aniiliini, 2-bromianiiliini, 2-kloorianiiliini, 3-bromianiiliini, 4-kloorianiiliini, 3,4-dietyylianiiliini, 3,4,5-tribromianiiliini ja samankaltaiset substituoidut tai substituomattomat aryyllirasvahappoamiinit; rasvahappoeetteriamiinit kuten isododesyylioksiisopropyyliamiini, isodesyylioksiisopropyyliamiini, heksyylioksiisopropyyliamiini ja samankaltaiset rasvahappoeetteriamiiniyhdisteet.

Esimerkkejä nukleofiilisisistä lähteistä, joista saadaan alkalikationeja, ovat: NaOH, KOH, NH_4OH . Esimerkkejä lähteistä, joista saadaan maa-alkalimetallikationeja, ovat: $\text{Ca}(\text{OH})_2$, $\text{Ba}(\text{OH})_2$, $\text{Mg}(\text{OH})_2$. Esimerkkejä lähteistä, joista saadaan Al-, Ti- tai Zr-kationeja, ovat: $\text{Al}[\text{OCH}(\text{CH}_3)_2]_3$, $\text{Ti}(\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3)_4$, $\text{Zr}(\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3)_4$ ja samankaltaiset alkoksidiyhdisteet.

Nyt esitetään natrium-N-oktadesyyliiftalamaatin, ammonium-N-dodesyyliiftalamaatin, kalium-N-kookosftalamaatin, natrium-N-dodesyyliiftalamaatin, natrium-N-isododesyylioksiisopropyyliiftalamaatin, kalsium-N-oktadesyyliiftalamaatin ja aluminium-N-oktadesyyliiftalamaatin spesifiset synteesit ja alan ammattilaiset huomannevat, että samankaltaisia synteesejä voidaan suorittaa halutun alkyyli-,

sykloalkyyli-, alkyleeni-, dialkyyli-, dialkyleeni-, alkaryyli-, aryyli- jne. ftalamaattisuolan saamiseksi.

Esimerkki IA

Natrium-N-oktadesyyliftalamaatti

- 5 Ftaalihappoanhydridiä (1 mooli, 148 g) sijoitettiin pyöreäpohjaiseen 2 litran 3-kaulareaktiokolviin, joka oli varustettu magneettisekoittimella, Allihn-palautusjäähdyttimellä, Dean-Stark-lukolla, typen sisäänvirtausputkella, lämpömittarilla ja lisäyssuppilolla. Ftaali-
- 10 lihappoanhydridi kuumennettiin typpisuojakaasussa sulaksi (noin 131 °C). Oktadesyyliamiini (1 mooli, 278 g) lisättiin hitaasti noin 30 minuutin aikana sulaan ftaalihappoanhydridiin. Kuumennusta jatkettiin noin 131 °C:ssa noin 3
- 15 tunnin ajan vaihtaen typpisuojakaasu typpihuuhteluun veden poistumisen edistämiseksi. Saatiin kirkas vaaleankeltainen neste, josta otettiin pieni näyte, jonka annettiin kiinteytyä (likaisen valkoinen) ja jonka karakterisoitiin IR-spektroskopisesti (Beckman 983 -spektrometri) käsittävän N-oktadesyyliftalimidiä.
- 20 Yksi mooli (408 g) tätä reaktiotuotetta, N-oktadesyyliftalimidiä, siirrettiin pyöreäpohjaiseen 12 litran 4-kaulakolviin, joka oli varustettu magneettisekoittimella, Allihn-palautusjäähdyttimellä, lisäyssuppilolla ja sisääntuloputkella yhdistettäväksi typpilähteeseen (kaasusylinteri).
- 25 Deionisoitua vettä (noin 6,1 litraa) lisättiin N-oktadesyyliftalimidiin ja seos kuumennettiin noin 100 °C:seen suhteellisen homogeenisen seoksen saamiseksi. Sitten ryhdyttiin sekoittamaan typpisuojakaasussa ja 1 N
- 30 natriumhydroksidiliuosta (noin 1,1 litraa, 10 %:n ylimäärä) lisättiin suhteellisen nopeasti muutaman minuutin aikana. Reaktioseosta sekoitettiin samalla kuumentaen noin 3 tunnin ajan. Saatiin kirkas vaaleankeltainen reaktiotuote, josta otettiin suhteellisen pieni näyte, jota kuivattiin tyhjiouunissa noin 1 tunnin ajan (1 atm, 40 °C) ja

jonka karakterisoitiin IR-spektroskopisesti käsittävän oleellisesti natrium-N-oktadesyyliftalamaattia.

Esimerkki 1B

Ammonium-N-dodesyyliftalamaatti

5 Edeltävä synteesi oleellisesti toistetaan lukuunottamatta, että oktadesyyliamiini korvataan dodesyyliamiinilla ja natriumhydroksidi korvataan ammoniumhydroksidillä. Lopputuotteen karakterisoidaan IR-spektroskopisesti koostuvan oleellisesti ammonium-N-dodesyyliftalamaatista.

Esimerkki 1C

Kalium-N-kookosftalamaatti

10 Edeltävä esimerkin 1A synteesi toistetaan lukuunottamatta, että kookosamiinia käytetään oktadesyyliamiinin asemesta ja kaliumhydroksidia käytetään natriumhydroksidin asemesta. Lopputuotteen karakterisoidaan vastaavasti koostuvan oleellisesti kalium-N-kookosftalamaatista.

Esimerkki 1D

Natrium-N-dodesyyliftalamaatti

20 Esimerkin 1A synteesi toistettiin oleellisesti lukuunottamatta, että dodesyyliamiinia käytettiin oktadesyyliamiinin asemesta. Lopputuotteen, joka oli oljenkeltaista, karakterisoitiin IR-spektroskopisesti käsittävän natrium-N-dodesyyliftalamaattia. Reaktiotuotteesta otettiin näyte, joka painoi 52,2980 g siten, että kiintoainepitoisuus vedessä oli noin 11,3 %. Tämä näyte muutettiin kvantitatiivisesti vastaavaksi ftalamiinihapoksi, ja käyttäen tavanomaisia laskelmia määritettiin, että hapon saanto-% (tai näytteen puhtaus-%) oli noin 94,16 %.

Esimerkki 1E

Natrium-N-isododesyylioksiopropyyliftalamaatti

35 Esimerkin 1A synteesi toistettiin oleellisesti lukuunottamatta, että isododesyylioksiopropyyliamiinia käytettiin oktadesyyliamiinin asemesta ja hydrolyysi NaOH:lla suoritettiin 100 °C:n asemesta noin 70 °C:ssa. Lopputuot-

teen karakterisoitiin IR-spektroskopisesti koostuvan oleellisesti natrium-N-isododesyylioksiipropyyliftalamaattista.

Esimerkki 1F

5

Kalsium-N-oktadesyyliftalamaatti

Osa natrium-N-oktadesyyliftalamaattista esimerkistä 1A edeltä tehdään happamaksi lisäämällä mineraalihappoa, eli kloorivetyhappoa, pH:hon noin 3 ja suodatetaan puolikiinteän hapon erottamiseksi. Tämä happo sekoitetaan sitten deionisoituun veteen ja lisätään kalsiumhydroksidilietettä samalla sekoittaen, kunnes saavutetaan suhteellisen stabiili pH noin 8 tai 9. Lopputuotteen varmistetaan IR-spektroskopisesti koostuvan oleellisesti kalsium-N-oktadesyyliftalamaattista.

15

Vastaavasti kalsiumsuola voidaan saada myös lisäämällä kalsiumhydroksidia suoraan alkalialkyyliftalamaattiin. Samoin magnesium- tai bariumsuola voidaan valmistaa korvaamalla $Mg(OH)_2$:lla tai $Ba(OH)_2$:lla $Ca(OH)_2$ edeltävässä neutralointikaaviossa.

20

Alkyyli- ja/tai alkyleeniftalamiinihappojen neutralointi voidaan suorittaa vedessä tai ei-vesiliuottimeksa, kuten metanolissa, isopropanolissa tai vastaavassa, lisäämällä sopivaa emästä (mukaan lukien erilaisia amineja) pH:n noin 8 tai 9 saamiseksi. Haluttaessa puhtas lopputuote voidaan käyttää ei-vesiliuotinta, kuten metanolia, isopropanolia tai vastaavaa, jonka kiehumapiste on alhainen, jolloin liuotin on sitten helppo poistaa tyhjäntislauksella.

25

Esimerkki 1G

30

Aluminium-N-oktadesyyliftalamaatti

Aluminiumisopropoksidia (0,0117 mol, 2,38 g) ja noin 200 ml isopropanolia sijoitettiin pyöreäpohjaiseen 1 litran 4-kaulareaktiokolviin, joka oli varustettu typpihuuhdontalaitteella, Allihn-palautusjäähdyttimellä, magneettisekoittimella ja lämpömittarilla. Tätä seosta kuu-

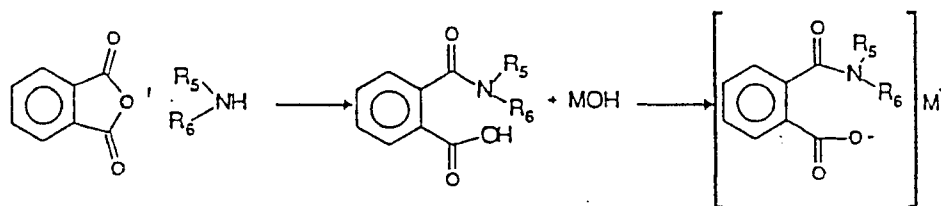
35

mennettiin noin 78 °C:ssa samalla sekoittaen noin 1 tunnin ajan. Sitten lisättiin hitaasti jauheena N-oktadesyy-liftalamiinihappoa (0,0353 mol, 15,0 g), joka oli saatu esimerkin 1A mukaisella menettelyllä ja tehty happamaksi käyttäen HCl:ää pH:hon noin 3 ja suodatettu eroon. Saatua seosta keitettiin palautusjäähdyttämällä (noin 78 °C) noin 3 tunnin ajan. Reaktiotuotteen laadun varmistamiseksi IR-spektroskopisesti isopropanoli tislattiin eroon tyhjössä. Saatiin valkoinen kiinteä lopputuote.

Esimerkki II

Alkyylliftalamaattien synteesi käyttäen sekundaarisia amiineja

Koko joukko alkyylliftalamaatteja valmistetaan ftaalihappoanhydridistä ja erilaisista sekundaarisista rasvahappoamiineista seuraavan reaktiokaavion mukaan:



jossa R₅ ja R₆ valitaan toisistaan riippumatta C₁-C₄₀-suoraketjuisista tai -haarautuneista, substituoiduista tai substituomattomista alkyyli-, sykloalkyyli-, alkyleeni-, alkaryyli-, aryyli- tai R₃-O-R₄-ryhmistä, jolloin R₃ ja R₄ valitaan toisistaan riippumatta C₁-C₂₂-suoraketjuisista tai -haarautuneista, substituoiduista tai substituomattomista alkyyli-, sykloalkyyli-, alkyleeni-, alkaryyli- ja aryyli-ryhmistä, ja M on kationi, joka valitaan ryhmästä, jonka muodostavat Na, K, NH₄ (mukaan lukien (CH₃CH₂)₃NH, (CH₃CH₂)₂NH₂, (HOCH₂CH₂)₃NH, (HOCH₂CH₂)₂NH₂ ja samankaltaiset ammoniumjohdannaiset), Ba, Ca, Mg, Al, Ti, Zr ja mainittujen seokset.

Laitteet ja olosuhteet tämän esimerkin mukaisille synteeseille ovat oleellisesti identtiset edellä esimerkissä I kuvattuihin nähden. (Lukuunottamatta, että Dean-Stark-lukko voidaan jättää pois.)

5 Ftaalihappoanhydridi on hyvin tunnettu kemiallinen yhdiste, ja sitä on kaupallisesti saatavana esimerkiksi valmistajalta Stepan Company, Northfield, Illinois (esillä olevan keksinnön hakija). Sekundaarisia rasvahappoamiineja tunnetaan samoin hyvin ja niitä on kaupallisesti saatavana erilaisista lähteistä, esimerkiksi valmistajalta Aldrich Chemical Company.

Esimerkkejä sekundaarisista rasvahappoamiineista ovat: alkyyli-, sykloalkyyli- ja/tai alkyleeniamiinit kuten N-dodesyyli-N-metyyliamiini, N-tetradesyyli-N-metyyliamiini, N-heksadesyyli-N-metyyliamiini, N-oktadesyyli-N-metyyliamiini, N-metyyli-N-sykloheksalamiini, N-kookos-N-metyyliamiini, N-tali-N-metyyliamiini, N,N-dikookosamiini ja samankaltaiset suoraketjuiset tai haarautuneet, substituoitut tai substituoimattomat sekundaariset alkyyli-, 15 sykloalkyyli- tai alkyleenirasvahappoamiinit; alkaryyliamiinit kuten N-metyyli-4-dodesyylianiliini, N-metyyli-4-oktadesyylianiliini, N-metyyli-4-heksadesyylianiliini, N-metyyli-4-talianiliini, N-metyyli-4-kookosaniliini ja samankaltaiset suoraketjuiset tai haarautuneet, substituoitut tai substituoimattomat sekundaariset alkaryyliamiinit; 20 sekundaariset aryyliamiinit kuten N-metyylilianiliini, N-propyylianiliini ja samankaltaiset substituoitut tai substituoimattomat ja sekundaariset aryyliamiinit.

Esimerkkejä lähteistä, joista saadaan M-kationeja, 25 ovat: NaOH, KOH, NH_4OH , $\text{Ca}(\text{OH})_2$, $\text{Ba}(\text{OH})_2$, $\text{Mg}(\text{OH})_2$, $\text{Al}[\text{OCH}(\text{CH}_3)_2]_3$, $\text{Ti}(\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3)_4$, $\text{Zr}(\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3)_4$ ja samankaltaiset lähteet.

Nyt esitetään natrium-N-dodesyyli-N-metyyliftalamaanin ja trietanoliammonium-N,N-dikookosftalamaanin 35 spesifiset synteetit ja alan ammattilaiset huomannevat, että

samankaltaisia synteesejä voidaan suorittaa muiden haluttujen ftalamaattisuuolojen saamiseksi.

Esimerkki IIA

Natrium-N-dodesyyli-N-metyyliftalamaatti

5 Ftaalihappoanhydridiä (0,10 mol, 14,8 g) sijoitettiin 500 ml:n reaktiokolviin, joka oli rakenteeltaan samankaltainen ja samoin varustettu kuin kolvi esimerkissä 1A. Ftaalihappoanhydridi kuumennettiin sulaksi (131 °C) ja sulatettuun anhydridiin lisättiin N-dodesyyli-N-metyyliamiini (0,10 mol, 19,9 g) noin 15 minuutin aikana. Kuumentamista noin 131 °C:ssa jatkettiin noin 3 tunnin ajan. Saatiin kirkas kullanuskea raskasliikkeinen neste, joka karakterisoitiin IR-spektroskopisesti N-dodesyyli-N-metyyliftalamiinihapoksi. Tätä reaktiotuotetta (noin 30 g) 15 laimennettiin metanolilla (noin 50 g) ja se neutraloitiin lisäämällä natriumhydroksidin liuosta (1 N) metanolissa pH:hon noin 8,65. Sitten metanoli tislattiin eroon käyttäen pyöröhaihdutinta (vesi-imu, 30 °C:n haude). Saatiin valkoinen jauhe, jonka karakterisoitiin IR-spektroskopisesti 20 koostuvan oleellisesti natrium-N-metyyli-N-dodesyyliftalamaatista. Metanolia käytettiin kätevyyden vuoksi 100 %:n aktiivista materiaalia tuottamiseksi. Vettä voidaan käyttää haluttaessa alhaisemman aktiivisuuden materiaalia tai jos käytetään korkeampaa lämpötilaa, tyhjää 25 jne.

Esimerkki IIB

Trietanoliammonium-N,N-dikookosftalamaatti

Ftaalihappoanhydridiä (0,2 mol, 29,6 g) sijoitettiin reaktiokolviin, joka oli rakenteeltaan samankaltainen ja samoin varustettu kuin kolvi, jota kuvattiin esimerkissä IIA, se kuumennettiin sulaksi ja N,N-dikookosamiini (0,2 mol, 76,6 g) lisättiin suhteellisen lyhyen ajan kuluessa. Kuumentamista noin 131 °C:ssa jatkettiin noin 3 tunnin ajan. Saatiin nestemäinen reaktiotuote, jonka 35 karakterisoitiin IR-spektroskopisesti koostuvan oleel-

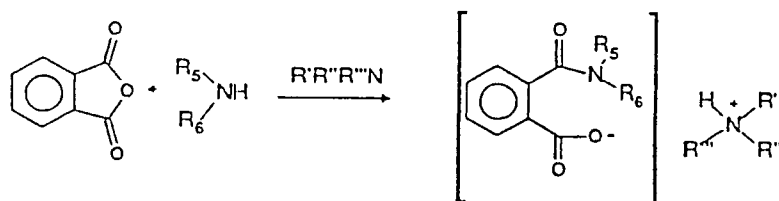
lisesti N,N-dikookosftalamiinihaposta. Noin 30 g tätä happea laimennettiin vedellä (noin 50 g) ja neutraloitiin lisäämällä trietanoliamiinia pH:hon noin 9. Sitten vesitislattiin eroon kuten edellä ja saadun valkoisen tahnan karakterisoitiin IR-spektroskopisesti koostuvan oleellisesti trietanoli ammonium-N,N-dikookosftalamaattista.

Haluttaessa ei-vesipitoinen tuote neutralointi voidaan suorittaa ei-vesiliuotuksessa, kuten metanolissa tai isopropanolissa, jotka voidaan sitten poistaa neutraloinnin jälkeen tyhjässä.

Esimerkki III

Alkyyli ftalamaattien synteesi käyttäen tertiaarisia amiineja

Koko joukko alkyyli ftalamaatti-pinta-aktiivisia aineita voidaan tuottaa ftaalihapponhydridistä ja erilaisista primaarisista tai sekundaarisista rasvahappoamiineista tertiaarisen amiinin läsnä ollessa seuraavan reaktiokaavion mukaan:



jossa R_5 ja R_6 toisistaan riippumatta ovat vetyjä tai valitaan $\text{C}_1\text{--C}_{40}$ -suoraketjuisista tai -haarautuneista, substituoiduista tai substituomattomista alkyyli-, sykloalkyyli-, alkyleeni-, alkaryyli-, syklisistä mukaan lukien aryyli- tai $\text{R}_3\text{--O--R}_4$ -ryhmistä, jolloin R_3 ja R_4 valitaan toisistaan riippumatta $\text{C}_1\text{--C}_{22}$ -suoraketjuisista tai -haarautuneista, substituoiduista tai substituomattomista alkyyli-, sykloalkyyli-, alkyleeni-, alkaryyli- ja aryyli-ryhmistä ja R' , R'' , R''' valitaan toisistaan riippumatta $\text{C}_1\text{--C}_{40}$ -suoraketjuisista tai -haarautuneista, substituoiduista tai

substituoimattomista alkyyli-, sykloalkyyli-, alkyleeni-, alkaryyli-, aryyli- tai R_3-O-R_4 -ryhmistä, jolloin R_3 ja R_4 määritellään kuten edellä.

5 Haluttaessa muu kationi kuin ammoniumjohdannainen edellä saatu reaktiotuote voidaan tehdä happamaksi kuten aiemmin esitettiin, eristää ja sitten neutraloida käyttäen sopivaa lähdettä, josta saadaan haluttu kationi, eli Na, K, Ca, Ba, Mg, Al, Ti, Zr tai mainittujen seos.

10 Laitteet tämän esimerkin synteeseihin ovat oleellisesti identtiset aiemmin kuvattuihin nähden lukuunottamatta, että tarvitaan mahdollisesti jäähaude tämän reaktion eksotermisen luonteen kontrolloimiseksi.

15 Kuten on mainittu aiemmin, ftaalihappoanhydridiä on kaupallisesti saatavana valmistajalta Stepan Company, Northfield, Illinois. Primaarisia ja/tai sekundaarisia amiineja tunnetaan samoin ja niitä on kaupallisesti saatavana erilaisista lähteistä kuten esitettiin aiemmin. Niinikään tertiaarisia amiineja on kaupallisesti saatavana.

20 Edellä esitetään esimerkkejä primaarisista ja sekundaarisista amiineista ja esimerkkejä tertiaarisista amiineista ovat: trietyyliamiini, trietanoliamiini, trimetyyliamiini, trimetanoliamiini, N,N-dimetyylisykloheksyyliamiini, N,N-dimetyylaniliini ja samankaltaiset tertiaariset alkyli-, sykloalkyyli-, alkyleeni-, alkaryyli- ja aryyliamiinit.

25 Nyt esitetään trietyyliammonium-N-kookosftalamaatin, N,N-dimetyylisykloheksyyliammonium-N-isododesyylioksipropyyliftalamaatin ja trietanoliammonium-N-isododesyylioksipropyyliftalamaatin spesifinen synteesi ja alan ammattilaiset huomannevat, että samankaltaisia synteesejä
30 voidaan suorittaa muiden haluttujen ftalamaattisuolojen saamiseksi.

Esimerkki IIIA**Trietyyliammonium-N-kookosftalamaatti**

5 Ftaalihappoanhydridiä (0,2 mol, 29,6 g) ja trietyyliamiinia (0,2 mol, 20,2 g) sijoitettiin 500 ml:n pyöreäpohjaiseen 3-kaulakolviin, joka oli varustettu magneettisekoittimella, Allihn-palautusjäähdyttimellä, typen sisäänvirtausputkella, lämpömittarilla ja lisäyssuppilolla. Tätä seosta sekoitettiin, kunnes saatiin suhteellisen tasainen seos. Sitten lisättiin kookosamiinia (0,2 mol, 10 40,8 g) hitaasti nopeudella, jolla reaktioseoksen lämpötila pysyi alle noin 35 °C:ssa. Kun kookosamiini oli lisätty, seosta sekoitettiin noin 1 tunnin ajan samalla, kun reaktioseoksen lämpötila pidettiin noin 30 °C:ssa. Saatiin 15 kirkas keltainen neste, joka jäähdytettiin vaaleankeltaiseksi tahnaksi ja jonka karakterisoitiin IR:llä koostuvan oleellisesti trietyyliammonium-N-kookosftalamaatista.

Esimerkki IIIA-1**Trietyyliammonium-N-kookosftalamaatti**

20 Edeltävän esimerkin IIIA mukainen menettely toistetaan lukuunottamatta, että trietyyliamiini ja kookosamiini lisätään oleellisesti samanaikaisesti ftaalihappoanhydridiin. Reaktio saattaa olla varsin eksoterminen ja jäähaudetta voidaan käyttää sen kontrolloimiseksi.

Esimerkki IIIB

25 **N,N-dimetyylisykloheksyyliammonium-N-isododesyylioksi-propyyli-ftalamaatti**

30 Esimerkin IIIA menettely toistettiin oleellisesti lukuunottamatta, että trietyyliamiinin asemesta käytettiin N,N-dimetyylisykloheksyyliamiinia ja kookosamiinin asemesta käytettiin isododesyylioksi-propyyliamiinia. Lopputuotteen karakterisoitiin IR-spektroskopisesti koostuvan oleellisesti N,N-dimetyylisykloheksyyliammonium-N-isododesyylioksi-propyyli-ftalamaatista.

Esimerkki IIIC**Trietanoliammonium-N-isododesyylioksi-
propyyliiftalamaatti**

Esimerkin IIIA synteesi toistettiin oleellisesti
 5 lukuunottamatta, että trietyyliammoniumin asemesta käytettiin trietanoliammoniumia ja kookosamiinin asemesta käytettiin isododesyylioksi-
 10 propyyliamiinia. Lopputuotteen karakterisoitiin IR-spektroskopisesti koostuvan oleellisesti trietanoliammonium-N-isododesyylioksi-
 15 propyyliiftalamaatista.

Esimerkki A**Vaahtoamis- ja kostutusominaisuudet**

Tavanomaisia Ross-Miles-vaahtoamis- ja Draves-kostutustestejä suoritettiin erilaisilla rasvahappoftalamaateilla ja tulokset esitetään alla taulukossa 1. Kaikissa
 15 testeissä käytettiin aktiivista tasoa 0,1 %.

Kuten taulukossa 1 esitetyistä tiedoista voidaan päätellä, testatut erilaiset natriumalkyyliiftalamaatit osoittivat parempia vaahtoamis- ja kostutusominaisuuksia
 20 deionisoidussa vedessä kuin vesijohtovedessä. On samoin ilmeistä, että C_{12} -alkyyli-ryhmä osoitti parhaita kostutus- ja vaahtoamisominaisuuksia testatuista alkyyli-ryhmistä. Edelleen alkoksi-
 25 propyyliiftalamaatit vaikuttavat osoittavan parempia kostutusominaisuuksia vesijohtovedessä kuin deionisoidussa vedessä, jolloin vaahtoamisominaisuuksille on voimassa päinvastainen. Esimerkiksi huomataan, että natriumisododesyylioksi-
 30 propyyliiftalamaatti osoitti 4,5 sekunnin kostutusaikaa vesijohtovedessä, jolloin vaahdon korkeus oli vain 5,5 cm. Täten ainakin jotkut alkoksi-
 propyyliiftalamaatit saattavat olla hyvin käyttökelpoisia vesijohtovesisovellutuksissa (eli kotona käytettävät pyykinpesuaineet jne.).

Erilaisten ftalamaattien kostutus- ja vaahtoamisominaisuudet

51

Erilaisien ftalamaattien kostutus- ja vaahtoamisominaisuudet

***VI = hyvin liukenematon

Esimerkki B**Emulsiostabiilisuusominaisuudet**

Toistettavien tulosten saamiseksi kehitettiin emulsiostabiilisuustesti, joka on modifikaatio alalla pinta-aktiivisten aineiden testaamiseksi käytetystä vakiotestistä. Modifioidussa menettelyssä 0,5 g valittua pinta-aktiivista ainetta (1 g:n asemesta) liuotettiin 90 ml:aan deionisoitua vettä mittalasissa, joka sisälsi 5,0 ml ksyleeniä ja joka sitten sinetöitiin ja jota kieputettiin pystysuoran/vaakasuoran asennon välillä 30 kierrosta, minkä jälkeen sisällön annettiin asettua noin 5 - 10 minuutin ajan ja sama kieputussykli toistettiin merkiten muistiin toisen sarjan (ensimmäisen sarjan asemesta) tulokset. Erilaisille alkyyli- ja talamaateille saadut tulokset esitetään alla taulukossa II:

Taulukko II

	Yhdiste	Emulsion hajoamisnopeus (ml/sek)
20	natrium-N-oktyyliftalamaatti	0,111
	natrium-N-desyyliftalamaatti	0,034
	natrium-N-dodesyyliftalamaatti	0,068
	natrium-N-tetradesyyliftalamaatti	0,085
	natrium-N-heksadesyyliftalamaatti	0,102
25	trieta-noliammonium-N-oktyyliftalamaatti	0,043
	trieta-noliammonium-N-desyyliftalamaatti	0,046
	trieta-noliammonium-N-dodesyyliftalamaatti	0,039

Kuten edeltävistä tulostiedoista ilmenee, trieta-noliammoniumsuolat osoittivat parempia (eli hitaampia) emulsion hajoamisnopeuksia kuin natriumsuolat. Kuitenkin henkilökohtaisen hoidon koostumuksissa (jotka ovat materiaalin osalta erilaisia systeemejä kuin ksyleeni/vesi-systeemi) natriumsuolat vaikuttivat toimivan yhtä hyvin tai paremmin kuin trieta-noliammoniumsuolat.

Esimerkki C**Emässtabiilisuusominaisuudet**

- Ftalamaattien stabiilisuuden emäksen suhteen määrittämiseksi 5 g oktyyliftalamiinihappoa liuotettiin 450 ml:aan vettä, joka sisälsi yhden ekvivalentin NaOH:ta. Tätä seosta keitettiin palautusjäähdyttään noin 24 tunnin ajan ja 5 erillistä 90 ml:n näytettä otettiin ajankohtina 0 tuntia, 1 tunti, 2 tuntia, 16,5 tuntia ja 23,7 tuntia. Saadut yksittäiset näytteet tehtiin happamaksi ja natrium-N-oktyyliftalamiinihappo eristettiin ja analysoitiin (suodatus, kuivaus, punnistus, sp.:n ja neutralointiekvivalenttien määrittäminen). Tulokset esitetään alla taulukossa III.

07.03.2013

Taulukko III

Näyte	Aika (tuntia)	Massa (g)	Sp. (°C)	pH	ES* (ml/sek)	Neutr. ekv.
1	0	0,77	87,5 - 88	8,70	0,0252	268
2	1	0,69	85 - 87	9,75	0,0325	296
3	2	0,82	85 - 87	10,07	0,0400	271
4	16,5	0,82	89,5 - 90,5	9,96	0,0690	288
5	23,7	0,76	87 - 89	9,88	0,108	282
teoreettinen						277

*ES = emulsion stabiilisuus

Edeltävistä tulostiedoista ilmenee, että alkyyliftalamaatit ovat suhteellisen stabiileja emäksisessä ympäristössä ja että natrium-N-oktyyliftalamaatti oli stabiili pH:ssa ainakin 10.

5

Esimerkki D

Lämpöstabiilisuusominaisuudet

Lämpöstabiilisuustutkimukset suoritettiin käyttäen puhdasta (100 % aktiivista materiaalia) ammonium-N-dodesyyliftalamaattinäytettä, joka oli hienonnettu natriumkloridilevyille. Nämä levyt sijoitettiin sitten uuniin, joka oli kuumennettu noin 100 °C:seen, eri mittaisiksi ajoiksi (0 - 30 minuuttia), minkä jälkeen näytteet karakterisoitiin IR-spektroskopisesti. Osan ammonium-N-dodesyyliftalamaatista muuttuminen N-dodesyyliftalimidiksi oli hyvin ilmeistä vain 10 minuutin kuluttua, jolloin lähes täydellinen muuttuminen N-dodesyyliftalimidiksi oli tapahtunut vain 20 minuutin kuluttua. Nämä tulokset ovat hyvin samankaltaisia tuloksiin nähden, jotka saatiin erilaisille muille alkyyliammoniumalkyyliftalamaateille.

20

Toisaalta samankaltaisissa tutkimuksissa natriumalkyyliftalamaateilla ilmeni suhteellisen korkea-asteista stabiilisuutta lämmön suhteen. Esimerkiksi natrium-N-dodesyyliftalamaatti oli stabiili 120 °C:ssa noin 28 tunnin ajan, kun taas N-oktadesyyliftalamaatti osoitti vain hyvin pientä imidaatioastetta 3,5 tunnin jälkeen 150 °C:ssa. Kuitenkin 64 tunnin jälkeen 150 °C:ssa todettiin merkittävää N-oktadesyyliftalimidin muodostusta. Nämä tulokset osoittavat näiden pinta-aktiivisten aineiden lämmön vaikutuksesta tuhoutuvan luonteen.

25

30

Esimerkki E

Liukoisuus- ja lämpötilastabiilisuusominaisuudet

Natrium-N-oktadesyyliftalamaatin, 1 % aktiivista materiaalia, liukoisuutta erilaisiin liuottimiin sekä kylmävarastoinnin (4 °C) ja jäädytys/sulatus-olosuhteiden vaikutusta tutkittiin. Tuloksista esitetään yhteenveto seuraavassa taulukossa IV.

35

07.03.88 30833

Taulukko IV

Väliaine	Ulkonäkö			Stabiilisuus	
	25°C	50°C	24 tuntia RT*	Kylmä- varast.	Jäädytys/ sulatus
Mineraaliöljy	**I	I	I	+-	-
Isopropyylipalmitaatti	I	I	I	-	-
Isopropyylimyristaatti	I	I	I	-	-
Etanoli	I	***S	I	-	-
¹ Neobee ^R M-5	I	I	I	-	-
² Neobee ^R M-20	I	I	I	-	-
³ Neobee ^R 18	I	I	I	-	-
Vaseliini	I	S	I	-	-
⁴ Wecobee ^R S	I	I	I	-	-
Vesi	I	S	I	-	-
⁵ Alpha-Step ^R ML-40	S	S	S	****P	P
⁶ Stepanol ^R WA-EX	I	S	S	P	P
⁷ Steol ^R CS-330	I	S	S	P	**F

Taulukko IV (jatkuu)

Väliaine	Ulkonäkö			Stabiilisuus	
	25°C	50°C	24 tuntia RT kuumenn. jälk.	Kylmä- varast.	Jäädytys/ sulatus
⁸ Ninol ^R 40-CO	I	S	S	P	P
⁹ Ammonyx ^R LO	S	S	S	P	P
¹⁰ Amphosol ^R	I	S	S	P	P
¹¹ Makon ^R 10	I	I	S	P	P
¹² Stepanate ^R	I	I	I	-	-

*RT = huoneenlämpötila

I = liukenematon; *S = liukoinen

***P = läpäisi; **F = ei läpäissyt

* = ei määritetty liukenemattomuuden johdosta

Kylmävarastoinnissa läpäisy: palaaminen kirkkaaseen tilaan 24 tunnin 4 °C:ssa jäl-
keen.

Jäädytys/sulatuksessa läpäisy: palaaminen kirkkaaseen tilaan kolmen jäädytys/su-
latussyklin jälkeen.

- 5

Esimerkki F

30

35

ka tiedettiin osoittavan suhteellisen heikkoa stabiili-
suutta valkaisun suhteen (²Makon^R-10), jolloin mukaan otet-
tiin myös verrokkikoostumus (ei pinta-aktiivista ainetta).
Vakiokoostumus käsitti 4,0 % aktiivista NaOCl:ää; 0,25 %
5 aktiivista NaCl:ää; 1,0 % aktiivista NaOH:ta (50 %); 2,0 %
aktiivista pinta-aktiivista ainetta ja q.s. 100 % deioni-
soitua vettä.

Eri koostumukset sijoitettiin yksittäin tiukasti
kannella suljettuihin tölkkeihin ja niitä käsiteltiin
10 90 °C:ssa vesihauteessa noin 5 tunnin ajan, minkä jälkeen
tarkattiin koostumuksen kirkaus- ja vaahtoamisominaisuuksia.
Kustakin näytteestä suoritettiin rinnakkaiskoe. Ver-
rokkikoostumus säilyi kirkkaan keltaisena koko testin
ajan. Makon^R-10-koostumus oli aluksi kirkkaan keltainen
15 mutta osoitti samentumista ja faaseihin erottumista noin
1,5 tunnin kuluttua eikä osoittanut vaahtoamista noin 5
tunnin kuluttua. Dowfax^R-2A1-koostumus oli kirkkaan kel-
tainen koko testin ajan ja osoitti stabiilia vaahtoa noin
5 tunnin kuluttua. Koostumus, joka sisälsi natrium-N-me-
20 tyyli-N-dodesyylihtalamaattia, oli samoin kirkkaan kel-
tainen koko testin ajan, mutta vaahto karakterisoitiin
epästabiiliksi noin 5 tunnin kuluttua. Toisaalta koostu-
mus, joka sisälsi natrium-N,N-dikookosftalamaattia, osoit-
ti heikkoa liukoisuutta sekä faaseihin erottumista eikä
25 osoittanut kylpyä edeltävää tai kylvyn jälkeistä vaahtoa.
Edelleen natrium-N-dodesyylihtalamaattikoostumus oli aluk-
si kirkkaan keltainen, mutta muuttui sameaksi ja osoitti
faaseihin erottumista testin edetessä.

1. Dowfax^R-2A1 on Dow Chemical Companyn rekisteröity
30 tavaramerkki natrium-(haarautunut C₁₂)-difenyylisulfa-
fonaatille.

2. Makon^R-10 on Stepan Companyn rekisteröity tava-
ramerkki nonyyli-fenolipolyetoksyylaatille.

Edeltävästä pääteltiin, että N,N-dialkyylyliftalamaatit, etenkin natrium-N-metyyli-N-dodesyylyliftalamaatti, osoittivat hyvää stabiilisuutta valkaisun suhteen ja parempaa kuin osoitti Makon[®]-10-koostumus.

5

Esimerkki G

Hiukkasmateriaalilieteominaisuudet

Tässä testissä kalium-N-oktadesyylyliftalamaattia käytettiin suspendoimisaineena tyypillisessä shampooojassa, joka sisälsi tunnettuja hiukkasjakoisia hilsettä vastustavia materiaaleja, sinkkipyritionia ja kivihiilitervaa. Hiukkasjakoista (noin 500 mesh) sinkkipyritionia ja hiukkasjakoista (noin 350 - 400 mesh) kivihiilitervaa lietettiin shampooojakoostumuksiin ja varastoitiin huoneenlämpötilaan, noin 1,6 °C:seen ja noin 43,3 °C:seen.

Viiden päivän kuluttua sinkkipyritionikoostumus osoitti faaseihin erottumista 43,3 °C:ssa, jolloin todettiin pyritionin laskeutumista. Toisaalta kivihiilitervakoostumus ei osoittanut faaseihin erottumista ja kivihiiliterva oli onnistuneesti liettynyt ja osoitti erinomaista stabiilisuutta 5 päivän kuluttua huoneenlämpötilassa, 1,6 °C:ssa ja 43,3 °C:ssa.

Noin 2 % kaliumoktadesyylyliftalamaattia sisällytettiin mukaan noin 50 - 70 %:n hiukkasjakoista kivihiiltä (keskimääräinen koko noin 200 mesh) ja noin 30 - 50 %:n vettä ohella ympäristön lämpötilassa. Saatu seos oli vapaasti virtaava, oleellisesti homogeeninen liete, jonka pumppaus valittujen paikkojen välillä oli helppoa.

Tämä osoittaa, että pieniä hiukkasia käsittävä, jauhemainen kivihiili voidaan fluidisoida kuljetettavaksi varastointialueille tai käyttöalueille, kuten kivihiiltä polttavat voimalaitokset.

Esimerkki H

Emulgaattoriominaisuudet elintarvikkeissa

Natrium-N-oktadesyylyliftalamaattia lisättiin tavanomaiseen sokerikakkureseptiin aktiivisen ainesosan pitoi-

suustasoina 0 % (verrokki), 1 %, 2 %, 3 %, 4 % ja 5 %. N-oktadesyylyftalamaatti sekoitettiin tyypilliseen taiki-
naan korvaten sillä osittain reseptin edellyttämä rasva,
margariini tai voi, paistettiin tasaisessa lämpötilassa
5 (noin 176 °C) ja vakioaika (noin 25 minuuttia). Niiden
jäähdyttyä eri sokerikakkuja tarkasteltiin seuraavin tu-
loksin: 0 %: oli kuivahko ja helposti mureneva; 1 %: vai-
kutti ja tuntui kosteammalta kuin verrokki, säilytti pa-
remmin muotonsa ja osoitti tiiviimpää sisusta; 2 %: tii-
viys kasvanut, kosteampi; 3 %: samanlainen kuin 2 %:n näy-
te lukuunottamatta lievää painauma keskellä; 4 %: ei täy-
sin kypsä, enemmän painauma keskellä; 5 %: tarvitsi lisä-
10 paistoa, painunut keskeltä.

Valmistettiin majoneesikoostumus, joka sisälsi noin
15 1 paino-%:n laskettuna koostumuksen kokonaispainosta
100 %:na natrium-N-oktadesyylyftalamaattia, jolloin N-ok-
tadesyylyftalamaatilla korvattiin munankeltuainen tietys-
sä reseptissä. Kuohkea kermainen valkea emulsio, joka oli
muodostettu salaattiöljyksi, sisällytettiin koostumukseen,
20 joka osoitti erinomaista stabiilisuutta.

Valmistettiin koiranmuonaa sekoittamalla noin 200 g
"Generic"-häränlihaflavori-koiranmuonaa ja 3 g natrium-N-
oktadesyylyftalamaattia, joka sisälsi 100 % aktiivista
materiaalia. Näytteitä tästä koiranmuonasta altistettiin
25 eri lämpötiloille (eli 0 °C, 43 °C ja 50 °C). Kuumennetut
näytteet eivät huoneenlämpötilaan jäähdytettyinä osoitta-
neet näkyviä öljyisiä taskuja mutta 24 tunnin säilytyksen
jääkaapissa ja 8 tunnin varastoinnin huoneenlämpötilassa
jälkeen ne osoittivat näkyviä öljytaskuja. Kuitenkin vie-
30 lä 24 tunnin varastoinnin jälkeen huoneenlämpötilassa nä-
mä näytteet eivät osoittaneet öljytaskuja.

Anioniset emulgaattoriominaisuudet henkilökohtaisen hoidon koostumuksiin

5
10
15
20

hoidon koostumusta käyttäen eri N-alkyyliiftalamaatteja. Kussakin tapauksessa osassa A luetellut ainesosat yhdistettiin oleellisesti tasaisen seoksen tuottamiseksi käyttäen kuumennusta noin 74 - 77 °C:ssa. Vastaavasti osassa B luetellut ainesosat yhdistettiin kuumennusta käyttäen tasaisen seoksen saamiseksi. Sitten osa A -seos lisättiin osa B -seokseen samalla kunnolla sekoittaen ja kuumennusta jatkettiin oleellisesti tasaisen seoksen saamiseksi. Lopullisen seoksen pH:ta säädettiin sitten lisäämällä sitruunahappoa (vaikka muitakin happoja voidaan käyttää) pH:hon noin 7,0 - 8,5. Sitten saadun seoksen annettiin jäähtyä noin 35 °C:seen ja se arvioitiin. Kuten voidaan nähdä alla taulukossa V esitetyistä tiedoista, nämä pinta-aktiiviset aineet osoittavat erinomaista emulsiolaatua ja niillä saadaan erinomainen suorituksen laatu.

Koostumus

Emulsion laatu: erinomainen kaikilla koostumuksilla.
Suorituksen laatu: erinomainen kaikilla koostumuksilla.

Esimerkki J

Nopeasti hajoavan emulsion ominaisuudet henkilökohtaisen hoidon koostumukseen

5 Lukuisia N-alkyyliftalamaatteja koostettiin tyypillisiin henkilökohtaisen hoidon koostumukseen ja arvioitiin.

10 N-alkyyliftalamaattien tehokas käyttötaso näissä koostumuksissa on noin 0,01 - noin 10 paino-%, jolloin edullinen taso on noin 1,0 - noin 4,0 %. Tehokas pH-alue näille koostumuksille noin 6 - noin 10, jolloin edullinen pH-alue on noin 7,6 - noin 9,5. Vaikka C_1 - C_{40} -ketjupituu-

15 det ovat käyttökelpoisia, edullinen ketjupituus on noin C_8 - C_{18} , ja edullisemmaksi ketjupituudeksi todettiin C_{16} , tai (C_{16} - C_{18}) ja C_{18} . Vastaavat tulokset esitetään seuraavissa taulukoissa VI-A - VI-C.

pitoisuuden vaikutus

		Koostumus, %:					
		J-1	J-2	J-3	J-4	J-5	J-6
1. Vesi, deionisoitu	q.s.100	q.s.100	q.s.100	q.s.100	q.s.100	q.s.100	q.s.100
2. Metyyliparabeeni	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15
3. Natrium-N-oktadesyyliiftalamaatti	0,50	1,00	1,50	2,00	4,00	8,00	8,00
4. 'Kessco [®] -isopropyylipalmitaatti	10,00	10,00	10,00	10,00	10,00	10,00	10,00
5. Kessco [®] -glyseerylimonostearaatti,	0,25	0,50	0,75	1,00	2,00	4,00	4,00
puhdas							
6. Kessco [®] -setyylialkoholi	1,75	1,75	1,75	1,75	1,75	1,75	1,75
7. Propyyliparabeeni	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10
8. 'Glydant	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25
3Nopeasti hajoavan ominaisuuden	ei	26	26	27,5	27,5	27,5	37
arviointi:	emulsiota	sek	sek	sek	sek	sek	sek
	ei						
	arviointia						
Tuntu iholla:	-	kevyt	kevyt	kevyt	kevyt	kevyt	kevyt
Pehmitin/emulgaattori-suhde:	10:0,75	10:1,5	10:2,25	10:3	10:6	10:12	10:12

1. Kessco on Stepan Companyn rekisteröity tavaramerkki erilaisille orgaanisille estereille.
2. DMDM-hydontalini (säilytysaine).
3. Ihoalue pestiin saippualla ja vedellä, kuivattiin; 0,1 g koostumusta levitettiin; hierottiin, kunnes kuiva; merkittiin muistiin aika hieromisen aloittamisesta ajankohtaan, jolloin tuntu ei ollut enää tahnea eikä jäymää ollut.

Taulukko VI-B: pH:n vaikutus

Koostumus:	%	J-7 pH=5,8	J-8 pH=6,7	J-9 pH=7,7	J-10 pH=9,5
1. Vesi, deionisoitu	q.s.100				
2. Metyyliparabeeni	0,15	ei	ei	stabiili	stabiili
3. Natrium-N-oktadesyyli-ftalamaatti	2,00	emulsiota	emulsiota	emulsiota	emulsiota
4. ¹ Kessco [®] -isopropyylipalmitaatti	1,00				
5. Kessco [®] -glyseryylimonostearaatti, puhdas	1,00				
6. Kessco [®] -setyylialkoholi	1,75				
7. Propyyliparabeeni	0,10				
8. ² Glydant	0,25				
Hajoamisaika:		-	-	26 sek	26 sek

1. ibid2. ibid

Taulukko VI-C: Ketjupituuden vaikutus

Koostumus:	J-11	J-12	J-13	J-14	J-15
1. Vesi, deionisoitu	q.s.100	q.s.100	q.s.100	q.s.100	q.s.100
2. Metyylliparabeeni	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15
3. Natrium-N-oktadesyylifitalamaatti	2,0	-	-	-	-
4. Natrium-N-heksadesyylifitalamaatti	-	2,00	-	-	-
5. Natrium-N-dodesyylifitalamaatti	-	-	2,00	-	-
6. Natrium-N-oktyyllifitalamaatti	-	-	-	2,00	-
7. Natrium-N-oktadesyylifitalamaatti	-	-	-	-	2,00
(tali)					
8. ¹ Kessco ^R -isopropyylipalmitaatti	10,00	10,00	10,00	10,00	10,00
9. Kessco ^R -glyseryylimonostearaatti, puhdas	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00
10. Kessco ^R -setyylialkoholi	1,75	1,75	1,75	1,75	1,75
11. Propyyliparabeeni	0,10	0,10	0,10	0,10	0,10
12. ² Glydant	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25
Varastointistabiilisuus:	stabiili	stabiili	ei	stabiili	stabiili
	emulsio	emulsio	emulsiota	emulsio	emulsio
Hajoamisaika:	26 sek	26 sek	-	-	27 sek

1. ibid; 2. ibid

Erilaisten kaupallisten henkilökohtaisen hoidon tuotteiden (ihonhoitovedet) on määrä olla luonteeltaan sellaisia, että niiden koostumukset tunkeutuvat nopeasti niiden kanssa kosketuksiin saatetuille ihoalueille. Emulsioteknologian alalla tiedetään, että nopeammin hajoavat emulsiot ovat tyyppiä öljy-vedessä, ei-ionisia tai anionisia saippuapohjaisia emulsioita, jotka sisältävät Carbopol^R- (valmistajan B.F. Goodrich Company rekisteröity tavaramerkki tietyille polymeroiduille vinyylihartseille, katso EP-A-026 816 A2) primaarisena emulgaattorina. Carbopol^R-materiaalit vaikuttavat epästabiileilta suolojen (elektrolyyttien) läsnä ollessa, jolloin kun tällaisia materiaaleja sisältäviä emulsiotuotteita levitetään iholle, joka käsittää suolaa hiestä ja vastaavasta syystä, emulsio hajoaa ja pehmittimet ja samankaltaiset tuotteet sa tunkeutuvat sitten nopeasti ihoon. Emulsiot, jotka eivät sisällä Carbopol^R-tuotetta, riippumatta tyypistä (anioninen tai ei-ioninen), eivät hajoa yhtä helposti iholle levitettyinä.

Keksinnön mukaiset N-alkyyli- tai alkyylialamatit käsittävät erinomaisia kosmeettisia emulgaattoreita ja ne ovat veden dispergoituvia (eli korkean HLT:n) emulgaattoreita. Hydrofiili- lipofiilitasapaino eli HLT on laajalti hyväksytty pinta-aktiivisen aineen polaarisuuden ja sen suhteellisen affiniteetin vesi- tai hiilivetyväliaineelle mitta. Yleensä ollaan kannalla (katso esimerkiksi "Non-ionic Surfactants", toim. Schick, Marcel Dekker Inc., N.Y., 1967, ss. 606 - 608), jonka mukaan HLT-alueet erilaisille pinta-aktiivisille funktioille ovat seuraavat:

vesi-öljyssä-emulgaattori	3 - 6
kostutusaine	7 - 9
öljy-vedessä-emulgaattori	8 - 15
pesuaine	13 - 15
liuottava aine	15 - 18

Keksinnön mukaiset N-alkyyli-*ftalamaattit* ovat tunnusomaisesti suhteellisen korkean HLT:n emulgaattoreita tai primaarisia emulgaattoreita, joiden HLT-arvo on noin 7 - 15, ja käytettyinä kosmeettisten emulsioiden formuloimiseksi niitä yhdistetään sekundaarisiin tai suhteellisen alhaisen HLT:n emulgaattoreihin, kuten glyseryyli-*stearaatti*, nopeasti hajoavien, irtonaisesti emulgoitujen emulsioiden tuottamiseksi. Saatujen optimaalisten emulsioiden todettiin osoittavan erinomaista stabiilisuutta varastoinnissa, kun ne sitä vastoin hajosivat erittäin nopeasti iholle levitettyinä. Kuten esitetään alla taulukossa VI-D, emulsiokoostumukset, jotka sisälsivät N-alkyyli-*ftalamaattia*, hajosivat oleellisesti nopeammin kuin erilaiset testatut kaupalliset tuotteet.

Taulukko VI-D

Hajoamisominaisuuden arviointi eri tuotteille

Testattu tuote	Hajoamisaika* (sek)
koostumus J-11*	27
¹ Vaseline Intensive Care Lotion ^R	37
² Soft Sense Lotion ^R	52
³ Keri Lotion ^R	47
⁴ Visible Difference Lotion ^R	52
⁵ Oil of Olay ^R	43

Näissä testeissä käytettiin kolminkertaisia rinnakkaismäärittäyksiä ja niissä valittu ihoalue pestiin saippualla ja vedellä, pesty ihoalue kuivattiin; 0,1 g koostumusta: hierotaan, kunnes kuiva; ja merkitään muistiin aika, joka kuluu hieromisen aloittamisesta hetkeen, jolloin tahmeaa tuntua ei ole eikä havaita jäämää.

* Katso taulukko VI-C.

1. Chesebrough Pond's Inc.:n rekisteröity tavaramerkki.

2. S.C. Johnson & Son, Inc.:n rekisteröity tavaramerkki.

5 3. Westwood Pharmaceuticals, Inc.:n rekisteröity tavaramerkki.

4. Elizabeth Arden, Inc.:n rekisteröity tavaramerkki.

10 5. Olay Company, Inc.:n rekisteröity tavaramerkki.

Henkilökohtainen hoito -tuotekoostumukset (kuten ihonhoitovedet tai -voiteet), jotka sisältävät keksinnön mukaisia pinta-aktiivisia aineita, osoittavat erinomaista suolan sietoa (eli aina noin 3 %:iin asti NaCl:ää voidaan sisällyttää valittuihin koostumuksiin emulsioita rikkomatta).

Edelleen tyypilliset emulsiokoostumukset osoittavat erinomaista liuottimen sietoa. Stabiileja emulsiokoostumuksia, jotka sisältävät aina 20 % SD-40-alkoholia ja/-tai SD-3A-alkoholia, on valmistettu menestyksekkäästi.

20 Keksinnön mukaisia N-alkyyli- tai -alumiini-pinta-aktiivisia aineita voidaan sisällyttää henkilökohtainen hoito -tuotekoostumuksiin joko öljyfaasiin tai vesifaasiin. Lopulliset emulsiot valmistetaan edullisesti käyttäen normaalia kaksifaasikuumamenetelmää.

25 Laaja valikoima henkilökohtaisen hoidon pehmittimiä, kuten kevytvaseliini, mineraaliöljy, isopropyylipalmitaatti, kapryyli/kapriinitriglyseridi, avokadoöljy, seesaminsiemienöljy, safloriöljy, maissiöljy, maapähkinäöljy, lanoliini AAA deodorisoitu, asetyloitu lanoliini, melaniini, erilaiset aurinkosuojat ja vitamiinit, jne., emulgoituvat helposti käytettäessä yhdistelmänä keksinnön mukaisia suhteellisen korkean HLT:n emulgaattoreita ja suhteellisen alhaisen HLT:n emulgaattoria, kuten glyserolimonostearaattia ja valittua kosmeettista pehmitintä siten,

30

35

että pehmittimen suhde emulgaattoriin on noin 3:1 - noin 30:1.

Esimerkki K

Hiustenhoito-ominaisuudet

5 Natrium-N-oktadesyylyftalamaattia sisällytettiin pitoisuus 5 %, 3 % ja vastaavasti 1 % tavanomaiseen hiusshampookoostumukseen. Nämä koostumukset käsittivät 12 %
10 aktiivista ammoniumlauryylisulfaattia, 2,5 % N,N-dietanolikookosamidia ja q.s. 100 deionisoitua vettä sekä edeltävää N-alkyylyftalamaattia. Näitä 3 hiusshampookoostumusta arvosteli sitten hiustuppojen avulla paneeli märkäyhteensopivuuden ja kuivayhteensopivuuden osalta kolmen kaupallisesti saatavana olevan hiusshampookoostumuksen ohella. Kullekin tupolle annettiin arvosana 1:stä (huono-
15 in) 5:een (paras) ja keskimääräiset tulokset esitetään alla:

	Koostumus	Kampaus märkänä	Kampaus kuivana
20	5 % ftalamaattia	4,28	3,72
	3 % ftalamaattia	2,28	3,44
	1% ftalamaattia	3,67	3,17
	¹ Pert Plus ^R	3,70	3,70
	² Prell ^R	1,80	1,98
25	³ Suave Golden ^R	1,39	2,64

1. Pert Plus^R on Procter and Gamble Companyn rekisteröity tavaramerkki hiustenhoitoshampoolle.

2. Prell^R on Procter and Gamble Companyn rekisteröity tavaramerkki hiustenpuhdistusshampoolle.

3. Suave Golden^R on Helene Curtis, Inc.:n rekisteröity tavaramerkki hiustenpuhdistusshampoolle.

35 Kuten edeltävistä tulostiedoista voidaan nähdä, 5 % ftalamaattia sisältävä koostumus suoriutui testissä sel-

västi paremmin kuin mikään kolmesta kaupallisesta sham-
poosta. Lisäksi 3 % ja 1 %:n ftalamaattia sisältävät koos-
tumukset suoriutuivat paremmin kuin ainakin kaksi kauppal-
lisista shampoista.

5

Taulukko K1
Hoitava shampoo

	Ainesosa	Koostumus 1	Koostumus 2
10		paino-% (akt.)	paino-% (akt.)
	1. Deionisoitu vesi	q.s. 100,00	q.s. 100,00
	2. Tetranatrium-EDTA	0,20	0,20
	3. Stepanol ^R AM-V ¹	20,00	20,00
15	4. Ninol ^R 40 CO ²	2,00	2,00
	5. N,N-di(hydrattu tali)- ftalamiinihappo/ammoniumsuola suhteessa 80:20	-	5,00
	6. Silikoni DC 200	0,50	0,50
20	(12 500 cps, dimetikoni)		
	7. Sitruunahappo, 50-%:inen liuos	q.s.	q.s.
	8. Natriumhydroksidi, 50-%:inen liuos	q.s.	q.s.
	9. 1,3,5,5-tetrametyyli- hydantoiini	0,20	0,20
25	10. Ammoniumkloridi	0,20	0,20

¹Stepan Co.:n rekisteröity tavaramerkki ammonium-
lauryylisulfaatille.

30 ²Stepan Co.:n rekisteröity tavaramerkki kookosimi-
didietanoliamiinille.

Taulukko K2

Hilsettä vastustava shampoo

	Ainesosa	Koostumus 3 paino-% (akt.)	Koostumus 4 paino-% (akt.)
5			
	1. Deionisoitu vesi	q.s. 100,00	q.s. 100,00
	2. Tetranatrium-EDTA	0,20	0,20
	3. Stepanol ^R AM-V ¹	20,00	20,00
10	4. Ninol ^R 40 CO ²	2,00	2,00
	5. N,N-di(hydrattu tali)- ftalamiinihappo/ammoniumsuola suhteessa 30:70	-	5,00
	6. Sinkkipyritioni,	4,20	4,20
15	48-%:inen dispersio		
	7. Sitruunahappo, 50-%:inen liuos	q.s.	q.s.
	8. Natriumhydroksidi, 50-%:inen liuos	q.s.	q.s.
	9. 1,3,5,5-tetrametyyli- hydantoiini	0,20	0,20
20	10. Ammoniumkloridi	0,20	0,20

¹Stepan Co.:n rekisteröity tavaramerkki ammonium-lauryylisulfaatile.

25 ²Stepan Co.:n rekisteröity tavaramerkki kookosimi-didietanoliamiinille.

Taulukko K3

Hoitava/hilsettä vastustava shampoo

	Ainesosa	Koostumus 5 paino-% (akt.)	Koostumus 6 paino-% (akt.)
5			
	1. Deionisoitu vesi	q.s. 100,00	q.s. 100,00
	2. Tetranatrium-EDTA	0,20	0,20
	3. Stepanol ^R AM-V ¹	20,00	20,00
10	4. Ninol ^R 40 CO ²	2,00	2,00
	5. N,N-di(hydrattu tali)- ftalamiinihappo/ammoniumsuola suhteessa 50:50	-	5,00
	6. Silikoni DC 200	0,50	0,50
15	(12 500 cps, dimetikoni)		
	7. Sinkkipyritioni, 48-%:inen dispersio	4,20	4,20
	8. Sitruunahappo, 50-%:inen liuos	q.s.	q.s.
	9. Natriumhydroksidi, 50-%:inen liuos	q.s.	q.s.
20			
	10. 1,3,5,5-tetrametyyli- hydantoiini	0,20	0,20
	11. Ammoniumkloridi	0,20	0,20

25 ¹Stepan Co.:n rekisteröity tavaramerkki ammonium-lauryylisulfaatile.

²Stepan Co.:n rekisteröity tavaramerkki kookosimidi-dietanoliamiinille.

Taulukko KA

Vertaileva suoritusarviointi - hoitava shampoo ja
hoitava/hilsettä vastustava shampoo

5	Hoitavat* ominaisuudet	Hoitava shampoo	Hoitava/hil- settä vastus- tava shampoo
10	Selvitys	koost.2 >koost.1 > pohjaverrokki	koost.6 >koost.5 > pohjaverrokki
	Märkäkammattavuus	koost.2 >koost.1 > pohjaverrokki	koost.6 >koost.5 > pohjaverrokki
15	Kuivakammattavuus	koost.2 >koost.1 > pohjaverrokki	koost.6 >koost.5 > pohjaverrokki
20	Staattisen sähkön kontrolli/lentävyys	koost.2 >koost.1 = pohjaverrokki	koost.6 >koost.5 = pohjaverrokki

Pohjaverrokkikoostumus on oleellisesti sama kuin koostumukset 1 ja/tai 5 ilman silikonia DC 200 (12 500 cps).

*Kontrolloitua puolikkaan pään arviointia kampaamossa kokeneen alan laillistetun ammattilaisen toimesta 30 kohteen paneelilla käytettiin menetelmänä edellä lueteltujen ominaisuuksien määrittämiseksi.

Taulukko 4B

Vertaileva stabiilisuuden arviointi

5		Lämpötila (°C)				pH		
		1 kuukauden aikana				1 kuukauden aikana		
	Koostumus nro	-35	1,6	Ymp.	43	3,0	7,0	9,0
10	Pohja-verrokki	P	S	S	S	S	S	S
	Koostumus 1	U	U	U	U	U	U	U
	2	P	S	S	S	S	S	S
	3	U	U	U	U	U	U	U
15	4	P	S	S	S	S	S	S
	5	U	U	U	U	U	U	U
	6	P	S	S	S	S	S	S
	P = läpäisi (3) jäädytys/sulatus-sykliä							
	S = stabiili							
20	U = epästabiili							

Esimerkki K1

Seoksen N,N-di(hydrattu tali)ftalamiinihaposta ja N,N-di(hydrattu tali)ftalamiinihappodi(hydrattu tali)ammoniumsuolasta valmistus

Yksi mooli (148,0 g) hiutaloitua ftaalihapooanhydridiä (PA) panostettiin pyöreäpohjaiseen 5 litran 4-kaulareaktorikolviin, joka oli varustettu mekaanisella sekoittimella, lämpöparilämpötilasäätelijällä ja kuumennusvaipalla. Reaktoriin lisättiin panos 650 g isopropyylialkoholia (USP-laatu), jolloin saatiin liete, joka käsitti noin 50 % kiintoainesta. Yksi mooli (noin 502 g) sulatettua di(hydrattu tali)amiinia lisättiin hitaasti lietteeseen reaktorissa samalla jatkuvasti sekoittaen. Reaktiomassan lämpötilan annettiin stabiloitua noin 45 - 55 °C:ssa

lisäten amiinia vähän kerrallaan ja jäähdyttäen reaktori-
kolvia. Amiinilisäys päätettiin noin 0,5 - 1 tunnissa. Sen
jälkeen reaktoria pidettiin noin 60 °C:ssa kunnes PA-hiuta-
leet hajosivat ja IR-spektroskooppianalyysi osoitti, ettei
5 reaktiomassassa enää ollut todettavia määriä PA:ta. Iso-
propyylialkoholi poistettiin sitten tyhjössä (noin 1 -
50 mmHg). Analyysissa todettiin noin 62 mooli-% happoa ja
noin 38 mooli-% suolaa keskimääräisen molekyylipainon ol-
lessa noin 782.

10

Esimerkki K2**Hoitavan shampoon valmistus**

Vettä lisättiin ensin sopivaan astiaan, joka oli
varustettu sekoitus-, kuumennus- ja jäähdytyslaitteilla.
Samalla kun vettä sekoitettiin ja kuumennettiin hitaasti,
15 lisättiin tetranatrium-EDTA:ta, Stepanol^R AM-V -tuotetta
(ammoniumlauryylisulfaattia) ja Ninol^R 40 CO -tuotetta
(kookosimididietanoliamiini). Noin 63 °C:ssa seokseen li-
sättiin 70:30-seos, jossa oli N,N-di(hydrattu tali)ftala-
miinihappoa ja N,N-di(hydrattu tali)ftalamiinihappo-N,N-
20 di(hydrattu tali)ammoniumsuolaa, ja sitten silikonia DC
200. Seos kuumennettiin 71 - 74 °C:seen ja emulgoitiin 20 -
30 minuutin ajan korkealla nopeudella pitäen lämpötila
samalla 71 - 74 °C:ssa. Seos jäähdytettiin hitaasti sekoit-
taen keskimääräisellä nopeudella. Kun seos oli jäähtynyt
25 noin 43 °C:seen, lisättiin 1,3,5,5-tetrametyylihydantoiini
ja ammoniumkloridia. pH tarkastettiin ja se säädettiin
tarpeen mukaan ammoniumhydroksidilla tai sitruunahapolla
arvoon noin 4,5 - 6,5. Viskositeetti tarkastettiin ja sää-
dettiin tarvittaessa ammoniumkloridilla arvoon 4 000 -
30 6 000 cps.

Esimerkki K3**Hilsettä vastustavan shampoon valmistus**

Vettä lisättiin ensin sopivaan astiaan, joka oli
varustettu sekoitus-, kuumennus- ja jäähdytyslaitteilla.
35 Samalla kun vettä sekoitettiin ja kuumennettiin hitaasti,

lisättiin tetranatrium-EDTA:ta, Stepanol^R AM-V -tuotetta (ammoniumlauryylisulfaattia) ja Ninol^R 40 CO -tuotetta (kookosimididietanoliamiini). Noin 63 °C:ssa seokseen lisättiin 70:30-seos, jossa oli N,N-di(hydrattu tali)ftalamiinihappoa ja N,N-di(hydrattu tali)ftalamiinihappo-N,N-di(hydrattu tali)ammoniumsuolaa, ja sitten silikonia DC 200 ja ZPT:tä (sinkkipyritioni, 48-%:inen dispersio). Seos kuumennettiin 71 - 74 °C:seen ja emulgoitiin 20 - 30 minuutin ajan korkealla nopeudella pitäen lämpötila samalla 71 - 74 °C:ssa. Seos jäähdytettiin hitaasti sekoittaen keskimääräisellä nopeudella. Kun seos oli jäähtynyt noin 43 °C:seen, lisättiin 1,3,5,5-tetrametyylihydantoiini ja ammoniumkloridia. pH tarkastettiin ja se säädettiin tarpeen mukaan ammoniumhydroksidilla tai sitruunahapolla arvoon noin 4,5 - 6,5. Viskositeetti tarkastettiin ja säädettiin tarvittaessa ammoniumkloridilla arvoon 4 000 - 6 000 cps.

Esimerkki K4

Hilsettä vastustavan/hoitavan shampoon valmistus

Vettä lisättiin ensin sopivaan astiaan, joka oli varustettu sekoitus-, kuumennus- ja jäähdytyslaitteilla. Samalla kun vettä sekoitettiin ja kuumennettiin hitaasti, lisättiin tetranatrium-EDTA:ta, Stepanol^R AM-V -tuotetta (ammoniumlauryylisulfaattia) ja Ninol^R 40 CO -tuotetta (kookosimididietanoliamiini). Noin 63 °C:ssa seokseen lisättiin 70:30-seos, jossa oli N,N-di(hydrattu tali)ftalamiinihappoa ja N,N-di(hydrattu tali)ftalamiinihappo-N,N-di(hydrattu tali)ammoniumsuolaa, ja sitten silikonia DC 200 ja ZPT:tä (sinkkipyritioni, 48-%:inen dispersio). Seos kuumennettiin 71 - 74 °C:seen ja emulgoitiin 20 - 30 minuutin ajan korkealla nopeudella pitäen lämpötila samalla 71 - 74 °C:ssa. Seos jäähdytettiin hitaasti sekoittaen keskimääräisellä nopeudella. Kun seos oli jäähtynyt noin 43 °C:seen, lisättiin 1,3,5,5-tetrametyylihydantoiini ja ammoniumkloridia. pH tarkastettiin ja se säädettiin tarpeen

mukaan ammoniumhydroksidilla tai sitruunahapolla arvoon noin 4,5 - 6,5. Viskositeetti tarkastettiin ja säädettiin tarvittaessa ammoniumkloridilla arvoon 4 000 - 6 000 cps.

Huomattakoon, että edeltävät koostumukset antavat vain esimerkkejä pinta-aktiivisista aineista ja kookosimideistä, ja muita primaarisia pinta-aktiivisia aineita, amideja ja niiden seoksia voidaan käyttää.

Esimerkki L

10 Lateksipolymerisaatio-pinta-aktiiviset ominaisuudet

Lateksi- tai emulsiopolymeerejä, jotka tyypillisesti saadaan etyleenityydyttymättömistä monomeereistä, metakrylaattiestereistä, vinyyliestereistä ja samankaltaisista tunnetuista lateksin muodostavista monomeereistä, käytetään laajalti erilaisissa käyttösovellutuksissa, kuten sideaineina pigmenttejä käsittävissä tai vailla olevissa suojamaaleissa tai -päällysteissä, liimamassoina, sideaineina paperinpäällysteissä ja ei-kudotuissa tekstiileissä, sideaineina matontaustavahvistemateriaaleissa ja plastisoleissa, sideaineina synteettisissä kumeissa, lisäaineina betonissa tai portlandsementissä, lisäaineina painomusteissa, lisäaineina lattiankiillokkeissa ja samankaltaisissa vahoissa sekä muilla samankaltaisilla alueilla. Useimmat tavanomaiset emulsio- (lateksi-) polymeerit valmistetaan emulsiopolymerisaatiomenetelmällä, jolloin valittuja monomeerisiä materiaaleja polymeroidaan niiden ollessa dispergoituja vesiväliaineeseen pinta-aktiivisten aineiden välityksellä. Tällaiset pinta-aktiiviset aineet voivat olla anionisia luonteeltaan, kuten saippuat tai erilaisten orgaanisten aineiden erilaiset sulfaatit tai sulfonaatit. Vaihtoehtoisesti tällaiset pinta-aktiiviset aineet voivat olla ei-ionisia, kuten orgaanisten aineiden etyleenioksidijohdannaiset, tai kationisia, kuten alkyyliammoniumhalogenidit. Edelleen polymerisaatioreaktiot suoritetaan usein vesiliukoisten suojaavien kolloidien tai

stabiloimisaineiden läsnä ollessa. Mikä tahansa edeltävis-
 tä emulgoivista tai stabiloivista aineista voi johtaa ve-
 delle herkän materiaalin läsnäoloon vinyylipolymeerilatek-
 sissa, mikä monissa tapauksissa on erittäin epätoivotta-
 5 vaa. Alalla on pitkään teoretisoitu, että keino välttää
 vedelle herkkien materiaalien läsnäolo polymeerilateksi-
 massassa on käyttää haihtuvaa tai tuhoutuvaa pinta-ak-
 tiivista ainetta. Tällainen pinta-aktiivinen aine toimisi
 emulgaattorina ja liuottavana aineena polymerisaatiopro-
 10 sessin aikana ja stabiloimisaineena prosessista valmis-
 tuvalle lateksille. Tällaisen lateksin kuivaaminen, kuten
 tuotettaessa lateksipäällyste, etenkin pakotettu kuivaami-
 nen, poistaisi tai jotenkin kemiallisesti tuhoaisi pinta-
 aktiivisen aineen tai muuttaisi sitä ja tekisi lateksista
 15 vettä sietävän. Tähän mennessä tarvittavat pinta-aktiivi-
 set ominaisuudet on tavattu vain molekyyleissä, jotka ovat
 liian suurikokoisia ollakseen haihtuvia, jolloin edulli-
 selta vaikuttaa pinta-aktiivisen aineen tuhoaminen. Jotkut
 tämän alan työskentelijät (eli katso US-patenttijulkaisut
 20 4 544 726 ja/tai 3 928 423) ovat ehdottaneet pinta-aktii-
 visia aineita, jotka sisällytetään polymeerimassaan poly-
 merisaatioprosessin aikana, jotta niistä tulisi kykenemät-
 tömiä kulkemaan polymeerimassan pinnalle, jolloin täten
 alennettaisiin tällaisen polymeerimassan herkkyyttä vedel-
 25 le. Kuitenkaan mikään näistä tai samankaltaisista materi-
 aaleista ei ole ollut täysin tyydyttävä, mikä johtuu val-
 taosin siitä, että kaikki ovat edelleen herkkiä vedelle,
 myös polymeerimassaan sidottuina ainesosina.

Kuten aiemmin mainittiin, keksintö antaa käyttöön
 30 uuden ja käyttökelpoisen luokan lateksipolymerisaatio-
 pinta-aktiivisia aineita, joiden kaava on edeltävä ylei-
 nen kaava (I), ja jotka tuhoutuvat tai kemiallisesti muut-
 tuvat helposti käytön aikana (päällystys/kuumennus), jol-
 loin niitä sisältävistä lateksikoostumuksista tulee oleel-
 35 lisesti vettä sietäviä. Edeltävän pinta-aktiivisen aineen

edullisissa suoritusmuodoissa R_1 ja R_2 voidaan valita toisistaan riippumatta ryhmästä, jonka muodostavat oleellisesti H tai C_1-C_{18} -alkyyli- tai R_3-O-R_4 -ryhmät ja mainittujen seokset, jolloin R_3 ja R_4 valitaan toisistaan riippumatta ryhmästä, jonka muodostavat oleellisesti C_1-C_{22} -suoraketjuiset tai -haarautuneet, substituoidut tai substituomattomat alkyyli-, sykloalkyyli-, alkyleeni-, alkaryyli-, aryyli-ryhmät ja niiden seokset, jolloin kationi, M, valitaan alkalimetalleista (mukaan lukien ammonium ja erilaiset amiinijohdannaiset) ja maa-alkalimetalleista. Edelleen edullisemmissa suoritusmuodoissa R_1 ja R_2 voidaan valita toisistaan riippumatta ryhmästä, jonka muodostavat oleellisesti H tai C_1-C_{18} -alkyyli-ryhmät, ja M voidaan valita ammoniumista tai sen amiinijohdannaisesta, jonka kiehumispiste on alle noin $125\text{ }^{\circ}\text{C}$. Esimerkki edullisesta pinta-aktiivisesta aineesta käsittää trietyyliammonium-N-kookosftalamaattia.

On esitetty teoria, joka yleensä on vahvistettu infrapuna- (IR-) spektroskopisesti, jonka mukaan keksinnön mukaiset lateksipolymerisaatio-pinta-aktiiviset aineet kohdistettaessa niihin kuivausolosuhteet, mukaan lukien lämpötila noin $10 - \text{noin } 300\text{ }^{\circ}\text{C}$ tietyn mittaisen ajan, muuttuvat kemiallisesti ja muodostavat imidin, joka oleellisesti sietää vettä eikä osoita merkittävää pinta-aktiivisuutta.

Valmistettiin koko joukko mallilateksikoostumuksia, joilla suoritettiin vedensietotesti, jossa kaksi mikroskoopin objektilasia upotettiin kuhunkin lateksikoostumukseen, minkä jälkeen näin päällystettyjen lasilevyjen annettiin kuivaa ympäristön olosuhteissa 24 tunnin ajan pidättäen niitä pystysuorassa asennossa. Yhtä kustakin parista ei käsitelty enempää, kun taas toista lasia kustakin parista paistettiin noin 15 minuutin ajan kiertoilmauunissa, jota pidettiin noin $150\text{ }^{\circ}\text{C}$:ssa, minkä jälkeen sen annettiin jäähtyä huoneenlämpötilaan. Sitten kaikki

lasilevyt upotettiin deionisoituun veteen tietyksi ajaksi, joka ei ollut alle 3 viikkoa, minkä jälkeen niistä tutkittiin liimauksen pettäminen (rakoilu, vetäytyminen lasipinnalta jne.). Tulokset on koottu seuraavaan taulukkoon VII.

5 Lateksikoostumus nro 1 valmistettiin panostamalla sopivasti varustettuun reaktoriin 205,5 g deionisoitua vettä, 53,2 g dimetyylietanoli ammonium-N-dodesyyli talamaattia (7,52 % kiintoainesta) ja 2,0 g NH_4OH :ta, ja kuumennettiin noin 70 °C:seen samalla sekoittaen typpisuoja-
10 kaasussa. Sen jälkeen reaktoriin lisättiin noin 20 % kokonaismonomeeripanoksesta ja käynnistinpanos kokonaisuudessaan (monomeeripanos koostui 100,0 g:sta butyyliakrylaattia ja 100 g:sta metyyli metakrylaattia; käynnistinpanos
15 koostui 0,2 g:sta $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$:aa ja 20,0 g:sta deionisoitua vettä) ja annettiin reagoida. Sitten loput monomeeripanoksesta lisättiin jatkuvasti noin 1 tunnin kuluessa lisäten samanaikaisesti erikseen ja jatkuvasti syöttöliuos, joka koostui 30,0 g:sta deionisoitua vettä, 0,8 g:sta
20 $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$:aa ja 2,0 g:sta NH_4OH :ta, samalla jatkaen kuumentamista noin 70 - 75 °C:ssa. Tätä polymerisaatioreaktioseosta kuumennettiin vielä 1 tunnin ajan noin 70 - 75 °C:ssa samalla sekoittaen. Sen jälkeen valmis ja suhteellisen stabiili lateksikoostumus jäähdytettiin ympäristön lämpötilaan ja tyhjennettiin reaktorista varastoitavaksi ja testattavaksi.

25 Lateksikoostumus nro 2 oli oleellisesti samanlainen kuin edeltävä koostumus nro 1 ja se valmistettiin oleellisesti identtisellä tavalla lukuunottamatta, että trietyyli ammonium-N-dodesyyli talamaattia (noin 5,44 %
30 kiintoainesta) käytettiin dimetyylietanoli ammonium-N-dodesyyli talamaatin asemesta ja vesipitoisuudessa suoritettiin vähäisiä säätöjä.

35 Lateksikoostumus nro 3 valmistettiin oleellisesti samalla tavalla oleellisesti identtisistä materiaaleista

kuin kuvattiin koostumukselle nro 1 lukuunottamatta, että styreeniä käytettiin metyyylimetakrylaattimonomeerin asemesta.

5 Lateksikoostumus nro 4 valmistettiin oleellisesti identtisellä tavalla ja oleellisesti identtisistä materiaaleista koostumukseen nro 2 nähden lukuunottamatta, että styreeniä käytettiin metyyylimetakrylaatin asemesta.

10 Lateksikoostumukset nro 5, nro 6 ja nro 7 valmistettiin oleellisesti identtisellä tavalla ja oleellisesti identtisistä ainesosista kuin kuvattiin koostumukselle nro 1 lukuunottamatta, että dimetyylietanoli ammonium-N-dodesyyli talamaatin asemesta kussakin koostumuksessa käytettiin vastaavasti natriumlaurylieetterisulfaattia, joka sisälsi 30 moolia etyleenioksidia (EO); natriumlaurylieetterisulfaattia, joka sisälsi 4 moolia etyleenioksidia; 15 ja natriumlaurylieetterisulfaattia, joka sisälsi 12 moolia etyleenioksidia.

20 Lateksikoostumus nro 8 valmistettiin panostamalla sopivasti varustettuun reaktoriin 49,0 g deionisoitua vettä, 1,5 g $K_2S_2O_8$:aa ja 2,0 g trietyyliamiinia, jotka kuumentettiin noin 80 °C:seen samalla typpisuojakaasussa sekoittaen. Esiemulsiokoostumus, joka käsitti 280,4 g trietyyli ammonium-N-dodesyyli talamaattia, 2,0 g trietyyliamiinia, 180,0 g 2-etyyliheksyyliakrylaattia, 90,0 g metyyylimetakrylaattia ja 30,0 g hydroksietyyliakrylaattia, ja käynnistinliuos, joka käsitti 0,5 g $K_2S_2O_8$:aa ja 25,0 g deionisoitua vettä, valmistettiin ja molemmat lisättiin samanaikaisesti, erikseen ja jatkuvasti reaktoriin noin 3 tunnin aikana jatkuvasti kuumentuen noin 80 - 85 °C:ssa. Saatua seosta pidettiin vielä 1 tunnin ajan noin 80 - 85 °C:ssa samalla sekoittaen. Sen jälkeen näin muodostettu stabiili lateksikoostumus jäähdytettiin varastoitavaksi ja testattavaksi.

35 Lateksikoostumus nro 9 valmistettiin jossain määrin samalla tavalla panostamalla reaktoriin 81,9 g deio-

nisoitua vettä, 2,5 g trietyyliamiinia, 1,7 g trietyyliammonium-N-kookosftalamaattia (60,0 % kiintoainesta), 0,4 g natriumformaldehydisulfoksylaattia ja 0,4 g t-butyylhydroperoksidia. Esiemulsiokoostumus, joka käsitti

5 133,3 g deionisoitua vettä, 8,0 g trietyyliamiinia, 13,2 g trietyyliammonium-N-kookosftalamaattia, 110,0 g butyyliakrylaattia, 82,0 g metyyylimetakrylaattia, 28,5 g hydroksietyyylimetakrylaattia ja 2,1 g t-butyylhydroperoksidia, valmistettiin ja noin 26 ml tätä esiemulsiokoostumusta

10 lisättiin reaktoriin ja kuumennettiin samalla sekoittaen noin 63 - 65 °C:seen typpisuojakaasussa. Emulsiopolymerisaatioreaktion käynnistyttyä loput esiemulsiokoostumuksesta sekä erillisenä syöttönä käynnistinliuos, joka käsitti 2,1 g natriumformaldehydisulfoksylaattia ja 30,0 g

15 deionisoitua vettä, lisättiin reaktoriin erikseen, jatkuvasti ja samanaikaisesti noin 2 tunnin kuluessa samalla jatkaen sekoittamista ja kuumentaen 63 - 65 °C:ssa. Saatua polymerisaatioseosta kuumennettiin vielä 1 tunnin ajan samalla jatkaen sekoittamista. Sen jälkeen muodostettu

20 stabiili lateksi jäähdytettiin ympäristön lämpötilaan varastoitavaksi ja testattavaksi.

Lateksikoostumus nro 10 valmistettiin oleellisesti identtisistä ainesosista ja samalla tavalla kuin kuvattiin koostumukselle nro 9 lukuunottamatta, että käytetty

25 pinta-aktiivinen aine oli seos, jossa oli 50 % trietyyliammonium-N-dodesyyliftalamaattia ja 50 % trietyyliammonium-N-oktyyliftalamaattia (60,0 % kiintoainesta).

Lateksikoostumus nro 11 valmistettiin oleellisesti identtisistä ainesosista ja samalla tavalla kuin kuvattiin koostumuksille nro 5 ja nro 6 lukuunottamatta, että

30 natriumlauryylisulfaattia käytettiin pinta-aktiivisena aineena etoksyloitujen natriumlauryylisulfaattien asemesta.

Lateksikoostumus nro 12 valmistettiin panostamalla sopivasti varustettuun reaktoriin 73,5 g deionisoitua vet-

35

- tä, 2,0 g trietyyliamiinia, 1,8 g trietyyliammonium-N-kookosftalamaattia (60,0 % kiintoainesta), 0,4 g natriumformaldehydisulfoksyalaattia ja 0,4 g t-butyylimetakrylaattia. Noin 20 ml esiemulsiokoostumusta, joka käsitti
- 5 119,8 g deionisoitua vettä, 7,0 g trietyyliamiinia, 14,7 g trietyyliammonium-N-kookosftalamaattia, 123,2 g butyyliakrylaattia, 81,2 g styreeniä, 10,1 g metyyylimetakrylaattia, 32,2 g hydroksietyyylimetakrylaattia ja 2,4 g t-butyylimetakrylaattia, lisättiin reaktoriin ja kuumennettiin
- 10 noin 63 - 65 °C:seen samalla typpisuojauskaasussa sekoittaen. Emulsiopolymerisaatioreaktion käynnistyttyä loput esiemulsiokoostumuksesta sekä käynnistinliuos, joka käsitti 2,4 g natriumformaldehydisulfoksyalaattia ja 35,0 g deionisoitua vettä, lisättiin erillisinä syöttöinä jatkuvasti ja samanaikaisesti
- 15 noin 2 tunnin kuluessa jatkaen sekoittamista ja kuumentamista noin 63 - 65 °C:ssa. Reaktoripanosta kuumennettiin tässä lämpötilassa vielä 1 tunnin ajan, minkä jälkeen se jäähdytettiin ja tyhjennettiin reaktorista varastoitavaksi ja testattavaksi.
- 20 Lateksikoostumus nro 13 valmistettiin panostamalla sopivasti varustettuun reaktoriin 73,5 g deionisoitua vettä, 2,0 g trietyyliamiinia ja 1,8 g trietyyliammonium-N-kookosftalamaattia (60,0 % kiintoainesta) ja kuumentamalla tämä seos noin 75 °C:seen inerttiä suojauskaasua käyttäen.
- 25 Reaktoriin lisättiin sitten 0,2 g $K_2S_2O_8$:aa, minkä jälkeen erillisinä syöttöinä esiemulsiokoostumus, joka käsitti 118,9 g deionisoitua vettä, 7,0 g trietyyliamiinia, 14,7 g trietyyliammonium-N-kookosftalamaattia (60,0 % kiintoainesta), 123,2 g butyyliakrylaattia, 91,3 g metyyylimetakrylaattia ja 32,2 g hydroksietyyylimetakrylaattia, sekä käynnistinliuos, joka käsitti 1,0 g $K_2S_2O_8$:aa ja 30,0 g deionisoitua vettä, lisättiin reaktoriin jatkuvasti ja samanaikaisesti
- 30 noin 2 tunnin kuluessa samalla kuumentamalla noin 75 - 80 °C:ssa ja sekoittaen. Tätä reaktioseosta kuumennettiin edeltävässä lämpötilassa vielä 1 tunnin ajan,
- 35

minkä jälkeen se jäädytettiin ympäristön lämpötilaan ja tyhjennettiin reaktorista varastoitavaksi ja testattavaksi.

5

Taulukko VII

	Lateksi-		Olosuhteet*		Pinta-aktiivinen aine
	koostumus	paistettu	ei-paistettu		
10	1	9**	2		dimetyylietanoli ammonium-N-dodesyyli ftalamaatti
	2	7	4		trietyyli ammonium-N-dodesyyli ftalamaatti
15	3	8	2		dimetyylietanoli ammonium-N-dodesyyli ftalamaatti
	4	-	-		trietyyli ammonium-N-dodesyyli ftalamaatti
20	5	1	1		natriumlauryyli-sulfaatti, 20 moolia EO
	6	1	-		natriumlauryyli-sulfaatti, 4 moolia EO
	7	2	-		natriumlauryyli-sulfaatti, 12 moolia EO
25	8	-	-		trietyyli ammonium-N-dodesyyli ftalamaatti
	9	9	-		trietyyli ammonium-N-kookosftalamaatti
30	10	9	-		50:50-seos trietyyli ammonium-N-dodesyyli ftalamaattia ja trietyyli ammonium-N-kookosftalamaattia
	11	3	-		natriumlauryyli-sulfaatti
35					

	Lateksi- koostumus	Olosuhteet* paistettu ei-paistettu	Pinta-aktiivinen aine
--	-----------------------	---------------------------------------	-----------------------

5	12	- -	trietyyliammonium-N-kookosftalamaatti
	13	- -	trietyyliammonium-N-kookosftalamaatti

10 *Olosuhteet: paistettu = 150 °C:ssa 15 minuuttia ja upotus veteen ainakin 3 viikoksi; ei-paistettu = kuivaus ympäristön lämpötilassa 24 tunnin ajan ja upotus veteen ainakin 3 viikoksi.

15 **Lukuarvot on annettu asteikolla 1:stä (huonoin) 10:een (paras), jolloin 10 edustaa täydellistä liimausta ja 1 edustaa lateksikalvon kokonaisuudessaan tai valtaosan siitä irtoamista lasilevystä. Väliarvot osoittavat eriasteista rakoilua, irtoamista jne.

20 Edeltävistä tulostiedoista pääteltiin, että keksinnön mukaisia emulsiopolymerisaatio-pinta-aktiivisia aineita sisältävät lateksikoostumukset säännöllisesti suoriutuivat testissä paremmin kuin tavanomaisemmat lateksi-pinta-aktiiviset aineet (koostumuksissa 5, 6 ja 7). Pääteltiin niinkään, että oli olemassa dramaattinen ero veden siedossa päällysteen yhtenäisyydessä keksinnön mukaisia pinta-aktiivisia aineita sisältävien lämpökäsiteltyjen tai ei-lämpökäsiteltyjen päällysteiden välillä. Tämän eron katsottiin johtuvan keksinnön mukaisten pinta-aktiivisten aineiden "tuhoutuvasta" luonteesta, jolloin N-alkyyli-ftalamaatti, joka osoittaa pinta-aktiivisia ominaisuuksia vedessä, muuttuu kemiallisesti kuivausolosuhteille alttiiksi joutuessaan N-alkyyliftalimidiksi, jolla oleellisesti ei ole pinta-aktiivisia ominaisuuksia ja joka on oleellisesti veteen liukenematon. Havaittiin myös, että

35 dimetyylietanoliammonium-N-dodesyyliftalamaatti,

trietyyliammonium-N-kookosftalamaatti, dimetyylietanoli-
 ammonium-N-dodesyyliftalamaatti ja 50:50-seos trietyyli-
 ammonium-N-dodesyyliftalamaattia ja trietyyliammonium-N-
 kookosftalamaattia osoittivat poikkeuksellisen hyviä
 5 emulgaattoriominaisuuksia lateksin muodostuksessa ja että
 näitä nimenomaisia pinta-aktiivisia aineita sisältävät
 päällysteet osoittivat erinomaista veden sietoa kuivut-
 tuun.

Esimerkki M

10 Kangasta pehmentävät ominaisuudet

Natrium-N-taliftalamaattia ja trietanoli-
 ammonium-oktadesyyliftalamaattia arvioitiin kankaan pehmen-
 nysai-
 neina ja niitä verrattiin kahteen kaupallisesti saatavana
 olevaan kankaan pehmen-
 nysaineeseen (Arquad^R 2HT ja Step-
 15 antex^R 6530B) tavanomaisessa kotona käytettävässä pyykin-
 pesukoneessa, jossa oli tyypilliset pesu- ja huuhtelusy-
 kit. Valkoisia puuvilla- (silmukka-) froteekäsipyyhkeitä
 valmistettiin arvioitaviksi CSMA-menetelmillä DCC-13A ja
 DCC-13B. Uusista pyyhkeistä poistettiin myllytekstiilin-
 20 käsittelyaineet pesemällä 3 kertaan tavanomaisella pesu-
 aineella ja 20 g:lla natriumfosfaattia, mitä seurasi 5
 pesua pesuainetta käyttämättä (kaikki olivat täyssykli-,
 kuumapesu-, kylmähuuhtelupesuja). Kutakin testattua
 pehmen-
 nysainetta kohden sekä verrokkia (ei pehmen-
 nysai-
 netta) varten 3 pyyhenippua lisättiin joko pesusykliin tai
 25 huuhtelusykliin. Pehmen-
 nysaineet dispergoitiin pitoisuu-
 dek-
 oksi 5 % kiintoainesta veteen ja lisättiin pesu- tai
 huuhtelusykliin käyttötasolla noin 0,2 % aktiivista peh-
 men-
 nysainetta pyyhkeen painoa kohden. Pesu- ja/tai huuhtel-
 30 telusyklin päätyttyä pyyhkeitä kuivattiin tyypillisessä
 kotona käytettävässä kuivaajassa noin 50 minuutin ajan,
 minkä jälkeen arvioitiin karheus/pehmeys, jolloin arvosa-
 nat olivat 1:stä (karhein) 3:een (pehmein) ja keskimää-
 räiset tulokset esitetään seuraavassa:

35

	Pehmennysaine	Keskimäärin, pesusykli	Keskimäärin, huuhtelusykli
	¹ Arquad ^R 2HT	2,5	3
5	² Stepantex ^R 6530B	2,3	2,8
	Trietanoliammonium- N-oktadesyyli-ftala- maatti	2	2,1
10	Natrium-N-tali- ftalamaatti	2	2,2
	Verrokki	1	1

15 1. Arquad^R 2HT = Akzo (Armak-ryhmä), Inc.:n rekisteröity tavaramerkki dimetyyli-ditaliammoniumkloridille.

2. Stepantex^R 6530B = Stepan Companyn rekisteröity tavaramerkki dialkyyli(kvaternaainen ammonium)metyyli-sulfaatile.

20 Kuten edeltävästä voidaan nähdä, keksinnön mukaiset kankaan pehmennysaineet (alkyyli-/alkyleeniftalamaatteja) osoittivat pehmentäviä ominaisuuksia sekä pesu- että huuhtelusykleissä, jolloin paremmat tulokset saatiin huuhtelusyklistä. Edelleen keksinnön mukaiset kankaan
25 pehmennysaineet menestyivät hyvin vertailussa testattuihin kaupallisiin pehmennysaineisiin.

Esimerkki N

Reversiibelit raakaöljyä emulgoivat/dispergoivat/-suspendoivat ominaisuudet

30 Natrium-N-dodesyyli-ftalamaattia, natrium-N-kookos-ftalamaattia, natrium-N-isodesyylioksi-propyyli-ftalamaattia ja natrium-N-isododesyylioksi-propyyli-ftalamaattia sekä verrokkia (vain vesijohtovettä) arvioitiin emulgoivina ja/tai dispergoivina ja/tai suspendoivina aineina tietyille
35 le raskaalle (raskasliikkeiselle) raakaöljylle (Dome-raa-

kaöljy, David Field, Kalifornia) erilaisissa vesinäytteissä, joista yhden kovuus (ilmaistuna CaCO_3 :na) oli 150 miljoonaa, toisen kovuus oli 500 miljoonaa, sekä syntetisessä merivedessä (NaCl :ää sisältävää vesijohtovettä, 150 miljoonaa). Lisäksi erilaisten natrium-N-dodesyyliiftalamaan ja lauryyliamiinioksidin seosten synergistisiä emulgoivia ominaisuuksia arvioitiin samalla tavalla käyttäen edeltävää raakaöljyä ja synteettistä merivettä.

10 Kustakin pinta-aktiivisesta aineesta valmistettiin vesiliuos eri vesinäytteisiin, jolloin pitoisuus oli noin 0,1 % aktiivista materiaalia. Mitatut näytteet (50 ml) pinta-aktiivisen aineen liuoksia sijoitettiin 100 ml:n mittalaseihin, 2 pisaraa raakaöljyä lisättiin, mittalasit
15 suljettiin ja ravistettiin suhteellisen voimakkaasti käsin noin 10 - 20 sekunnin ajan. Emulgoitumisen/dispergoitumisen, suspendoitumisen aste todettiin ja merkittiin muistiin. Tulokset esitetään seuraavassa taulukossa VIII.

20 Havaituista tiedoista todettiin, että jotkut emulsiot/dispersiot tai suspensiot eivät vaikuttaneet kovinkaan stabiileilta vaan toisinaan erottuivat minuuteissa. Kuitenkin lauryyliamiinioksidi/natrium-N-dodesyyliiftalamaattiliuoksista saatiin stabiilimpia emulsioita, jotka eivät erottuneet 2 tunnissakaan. Saaduista tuloksista pääteltiin, että N-alkyyliiftalamaatit emulgoivat/dispergoivat
25 raakaöljyn suhteellisen kovaan veteen ja että N-alkyyli-eetteriiftalamaatit dispergoivat öljyn ainakin suhteellisen kovaan veteen ja meriveteen. Lisäksi pääteltiin, että alkyyliamiinioksidin ja N-alkyyliiftalamaattien yhdistelmällä
30 oli synergistinen vaikutus emulsioiden tuottamisessa.

Taulukko VIII

Pinta-aktiivinen aine

	Testiliuokset:		
	Veden pH noin 7; kovuus:	Synteettinen	
	150 ppm*	500 ppm	merivesi; pH noin 8
Verrokki	**0	0	0
Natrium-N-dodesyyli-ftalamaatti	++	d	+/d
Natrium-N-kookos-ftalamaatti	++	+/d	+/d/f
Natrium-N-isodesyylioksi-propyyli-ftalamaatti	d	d	d
Natrium-N-isododesyylioksi-propyyli-ftalamaatti	d	d	d
*Ammonyx [®] LO ja natrium-N-dodesyyli-ftalamaatti suhteessa:			
80:20	-	-	++
60:40	-	-	+
50:50	-	-	+++
40:60	-	-	+++
30:70	-	-	+++

1. Ammonyx[®] on Stepan Companyn rekisteröity tavaramerkki lauryyliamiinioksidille.

*ppm = miljoonaa

**0: ei ilmeistä emulsiota/dispersiota tai suspensiota

+: heikko ilmeinen emulsio/dispersio

++: parempi ilmeinen emulsio/dispersio tai suspensio

+++: öljy täysin emulgoitunut

d: ilmeinen dispersio

d/f: öljy ilmeisesti dispergoitunut flokkina

Keksinnön mukaisten pinta-aktiivisten aineiden emulgoivien ominaisuuksien "reversiibelin" luonteen osoittamiseksi natrium-N-dodesyylihtalamaattiliuoksen (0,1 % aktiivista materiaalia 50 ml:ssa vettä, jonka kovuus on 150 miljoonaa), joka sisälsi noin 2 pisaraa edellä mainittua raakaöljyä, pH:ta säädettiin toistuvasti. Suhteellisen korkeilla pH-arvoilla (eli yli noin 7) tapahtui helposti raakaöljyn emulgoituminen ja suhteellisen alhaisilla pH-arvoilla (eli alle noin 5) tapahtui helposti raakaöljyn de-emulgoituminen. Verrokki valmistettiin näytteestä, jossa veden kovuus oli 150 miljoonaa ja joka ei sisältänyt pinta-aktiivista ainetta mutta sisälsi 2 pisaraa edeltävää raakaöljyä.

Verrokin pH:n säätäminen noin 13:sta noin 3:een ei tuottanut emulsioita tai dispersioita. Kuitenkin kun edeltävän N-alkyylihtalamaattiliuoksen pH säädettiin 8,5:een, öljy emulgoitui helposti. Tämän emulsion pH:ta laskettiin sitten lisäämällä 1 N HCl:ää arvoon noin 2,6, jolloin sekoitettaessa emulsio hajosi lähes välittömästi samalla kun ilmeni flokkulaatiota. Tämän happamaksi tehdyn seoksen pH nostettiin sitten lisäämällä 1 N NaOH:ta arvoon noin 13,4, jolloin sekoitettaessa (noin 10 - 15 sekunnin ajan käsin ravistellen) havaittiin liuoksen emulgoituvan. Edeltävä sykli suhteellisen korkean pH:n ja suhteellisen alhaisen pH:n välillä toistettiin vielä 3 kertaan, jolloin emulgoitumis-/de-emulgoitumistulokset olivat oleellisesti identtiset. Alhaisen (4,9) pH:n de-emulgoimissyklin aikana erottunut raakaöljy poistettiin dekantoimalla ja jäljellä olevan (käytetyn) ftalamiiniliuoksen pH säädettiin noin 13,5:ksi ja lisättiin tuoretta raakaöljyä. Sekoitettaessa muodostui nopeasti hyvin stabiili emulsio. Tämän emulsion pH laskettiin sitten noin 7,0:ksi ilman havaittavaa de-emulgoitumista. pH:ta laskettiin sitten edelleen noin 5,2:een, jolloin havaittiin lievää flokkulaatiota. pH-arvo laskettiin sitten noin 3,5:een, jolloin emulsio hajosi.

Lisättäessä lisää tuoretta natrium-N-dodesyyliiftalamaattia emulsio muodostui uudestaan.

Edeltävistä tulostiedoista päätellään, että N-alkyyliiftalamaatit ja N-alkyylietteriftalamaatit ovat käyttökelpoisia raskasliikkeisten raakaöljyjen emulgoimiseksi, jolloin tällaisia öljyjä kyetään kuljettamaan valittujen sijaintien välillä. Edelleen tällaiset emulsiot voidaan helposti de-emulgoida säätämällä emulsion pH arvoon, joka on alle noin pH 5, ja "deaktivoitu" emulgaattori aktivoida uudelleen nostamalla sen pH arvoon yli noin pH 7.

Esimerkki 0

Yhteensovitus-/pinta-aktiivisuusominaisuudet polyuretaani/isosyanuraattisysteemeissä

Erilaisia aromaattisia polyesteripolyoleja käytetään erilaisissa polyuretaani/isosyanuraattivaahtosysteemeissä, joita käytetään esimerkiksi laminoitujen lautojen, eristevaahtojen jne. valmistuksessa. Tällaisia vaahtosysteemejä tuotettaessa käytetään huokoistusaineita kuten fluorihiilivetyjä, vettä, hiilidioksidia jne., jotka on sekoitettava ns. polymeerisekoitteisiin. Kuitenkin huokoistusaineet ovat tyypillisesti näihin sekoitteisiin liukenemattomia tai ei-dispergoituvia, jolloin yhteensovitusaineita tai pinta-aktiivisia aineita on sisällytettävä mukaan. Lisäyksityiskohtien osalta katso Wood, US-patenttijulkaisu 4 595 711 (jonka patentin omistaa nyt kyseessä oleva hakija ja joka julkaisu sisällytetään tähän viitteeksi).

Tyypillinen polyolisekoite koostettiin pinta-aktiivista ainetta käyttämättä (verrokki) sekä käyttäen 3 erilaista keksinnön mukaista pinta-aktiivista ainetta. Käytetyt kaksi natriumsuolaa (määritellään seuraavassa) olivat kiinteitä aineita, kun taas trietyyliammoniumsuola oli neste. Natriumsuolojen liuottaminen polyolisekoitteeseen oli vaikeata eivätkä ne näyttäneet tekevän huokois-

tusaineesta hartsiseokseen sopivaa. Kuitenkaan nämä natriumsuolat eivät vaikuttaneet häiritsevän vaahtoreaktiota ja tuote osoitti kelvollisia solurakenteita, murenevuutta, tiheyttä (reaktiivisuutta) ja yleistä solujen yhtenäisyyttä (katso seuraava taulukko IX-A). Toisaalta trietyyliammoniumsuola liukeni varsin hyvin polyoliseokseen ja osoitti hyviä yhteensovitus- tai pinta-aktiivisuusominaisuuksia testatun huokoistusaineen kanssa (katso seuraava taulukko IX-B).

10



Taulukko IX-A

	Ainesosa	Koostumukset: ainesosat paino-%			
		verrokki	nro 9-1	nro 9-2	nro 9-3
5	¹ Polyoli	100	9,5	9,5	92,5
	Ftalamaatti	0,00	*5,0	**5,0	***7,5
	² Dabco K-15	4,2	4,2	3,5	2,4
	³ Polycat-8	1,4	1,4	1,16	0,8
10	⁴ B-8433	2,25	2,25	2,25	2,25
	⁵ R-11	47,0	47,0	40,0	23,0
	Isosyanaatti	132,20	126,33	123,9	117,35
	Kermomisaika, sek.	7	5	6	7
	Geelitysaika, sek.	11	20	23	26
15	Tahmeudenpoistumis-				
	aika, sek.	20	21	n/a	28
	Nousuajan päätös, sek.	25	50	77	90
	Kuppitiheys	n/a	22,9	27,2	n/a
	(kg/m ²)				
20	⁶ Solurakenne	E	F	F	P
	⁶ Murenevuus	E	F	F	F
	⁶ Yhtenäisyys	E	P	F	P

*natrium-N-taliftalamaatti

**natrium-N-dodesyyliftalamaatti

***trietyyliammonium-N-isododesyylioksiipropyyliftalamaatti

1. Polyoli; valmistettu oleellisesti esimerkin A mukaan lähteessä Wood, US-patenttijulkaisu 4 595 711 lukuunottamatta, että hydroksyylliluku säädettiin 185:een ja lopputuotteen viskositeetti oli noin 22 000 cps:ää 25 °C:ssa.

2. Dabco K-15; Air Products & Chemicals, Inc.:n, Allentown, PA, kauppanimitys kaliumoktoaatille.

3. Polycat 8; Air Products & Chemicals, Inc.:n, Allewntown, PA, kauppanimitys dimetyylisykloheksyyliaminiinille.

4. B-8432; Goldschmidt Chemical Corp.:n, Hopewell, VA, kauppanimitys polysiloksaani-pinta-aktiiviselle aineelle.

5. R-11; Freon 11; trikloorifluorimetaania, joka saatiin valmistajalta E.I. du Pont de Nemours & Company, Wilmington, DE.

6. Visuaaliset tarkastelut: E = erinomainen; G = hyvä; P = huono.

Taulukko IX-B

	Koostumus	
	verrokki	9-4
¹ Polyoli	100	92,5
Ftalamaatti	0	7,5
^{5,7} R-11, maks. liuotus, g	9,10	24,7

1. ibid.

5. ibid.

7. R-11 lisättiin polyoliin pieninä erinä kunnes saavutettiin epäyhteensopivuus. Loppupisteelle on tyypillistä lievä valkoinen/sininen samentuminen; lisäykset tästä pisteestä eteenpäin tekevät seoksesta maitomaisen, läpinäkymättömän valkoisen.

Edeltävistä tulostiedoista päätellään, että keksinnön mukaiset N-alkyyliftalamaatit toimivat pinta-aktiivisinä aineina polyuretaani/isosyanuraattivaahdosysteemeissä. Edelleen on ilmeistä, että pitkäketjuisempi N-alkyyliftalamaatti osoitti erinomaisia yhteensovitusominaisuuksia testatun huokoistusaineen kanssa. Samoin edel-

leen keksinnön mukaisten pinta-aktiivisten aineiden kaliumsuolat ovat mahdollisesti kiinnostavia, koska niillä vaikuttaa olevan edullinen vaikutus näiden vaahtosysteemien katalyyysiin.

5 **Esimerkki P**

Teollisia öljymäisiä materiaaleja emulgoivat ominaisuudet

10 Tietyt teolliset öljymäiset materiaalit kuten pellavansiemenöljy, mäntyöljy, soijapapuöljyalkydi, pellavansiemenöljyalkydi, tislatus raakaöljyn eri jakeet, raskas parafiiniöljy, asfalteeniöljy jne. ovat käyttökelpoisia laajassa valikoimassa käyttösovellutuksia, kuten teiden rakennuksessa, hartsisideaineina jne., mutta niiden käsittely on äärimmäisen vaikeata niiden luontaisen raskasliikkeisyyden, tarttuvuuden, levittyvyyden puutteen jne. johdosta. Yritykset näiden öljymäisten materiaalien emulgoimiseksi ovat kohdanneet vain rajallista menestystä, jolloin tyypillisesti on jouduttu käyttämään lukuisia korkean HLT:n ja alhaisen HLT:n emulgaattoreita ja ei-vesiliuottimia, jotka parhaimmillaankin muodostavat ei-stabiileja emulsioita.

15

20

Esimerkiksi pellavansiemenöljyä käytetään teiden rakennuksessa sidemateriaalina ennen ainakin tiettyjen teiden korjausta. Pellavansiemenöljy on äärimmäisen tahmea ja raskas materiaali ja sen levittäminen kutakuinkin tasaisesti on hyvin vaikeata. Aiemmin pellavansiemenöljy sinänsä tai yhdistettynä ei-vesiliuottimiin panostettiin erityiseen trukkiin, jossa oli lämmitettävä tankki, jota pidettiin suhteellisen korkeassa lämpötilassa (eli noin 90 - 100 °C:ssa). Tankkitrucki käsitti syöttöputket, jotka johtavat sumutussuuttimiin, joita on putkijohdolla tietyn pinta-alan (esim. tieväylän) kattamiseksi. Kuumennettu pellavansiemenöljy pumpattiin suuttimien läpi, jotka joissakin tapauksissa oli yhdistetty myös erillisiin emulsio/liuotin-liuosvarastotankkeihin emulsion muodosta-

25

30

35

miseksi lyhyeksi ajaksi suuttimen päässä. Tätä emulsiota ruiskutettiin sitten työstettävälle pinnalle käsin levitettyväksi. Kun pellavansiemenöljy jäähdyi ja/tai emulsio hajosi, pellavansiemenöljyn levittämisestä tasaisesti kä-

5 sikäyttöisin levitystyökaluin tuli hyvin vaikeata. Kuten ymmärrettäneen, tämän tyyppisessä systeemissä sumutussuuttimilla on taipumus tukkeutua ja niiden puhdistaminen on vaikeata sekä työntekijät altistuvat orgaanisille höyryille ja liialliselle kuumuudelle.

10 Keksinnön periaatteiden mukaisesti pellavansiemenöljy emulgoitiin helposti vesisysteemiin käyttäen ftalamaatti-pinta-aktiivisia aineita (suhteellisen korkean HLT:n emulgaattori) yhdistettyinä suhteellisen alhaisen HLT:n emulgaattoriin, kuten glyserolistearaatit, edullisesti glyserolimonostearaatti, ja veteen. Saatujen emulsioiden ruiskuttaminen ja levittäminen halutulle alueelle oli hyvin helppoa. Emulgoitua pellavansiemenöljyä varastoitiin pitkiä aikajaksoja ilman, että todettiin havaittavaa erottumista. Edelleen emulgoitu pellavansiemenöljy

15 ei edellytä korkeaa lämpötilaa sen levittämiseksi, jolloin taloudellisen ohella saadaan ympäristönsuojelullinen etu.

20

Pellavansiemenöljyemulsiokoostumus

25

Ainesosa

Paino-%

A.	Pellavansiemenöljy	60,0
	Natrium-N-oktadesyyliftalamaatti	2,0
	¹ Kessco ^R -glyseryylimonostearaatti, puhdas	1,0
B.	Vesi	q.s. 100

30

35

1. Kessco^R on Stepan Companyn rekisteröity tavaramerkki erilaisille orgaanisille estereille.

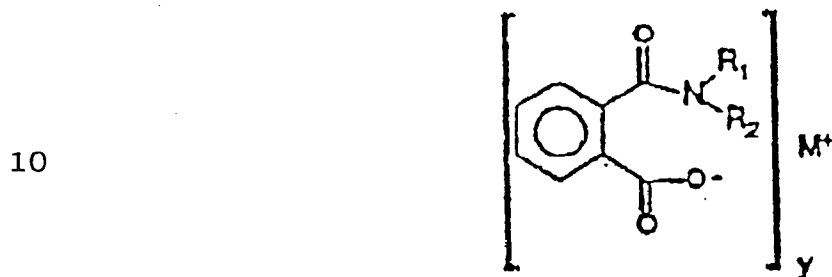
Edeltävät ainesosat A panostettiin kuumennettavaan astiaan, ja kuumennettiin samalla sekoittaen noin 77 - 80 °C:n lämpötilaan. Edeltävä ainesosa B panostettiin erilliseen kuumennettavaan astiaan ja kuumennettiin myös noin 77 - 80 °C:seen. Sen jälkeen ainesosa A lisättiin ainesosaan B samalla sekoittaen ja jatkaen kuumentamista noin 30 minuutin ajan tai kunnes muodostui emulsio. Sitten sekoittamista jatkettiin ja emulsion annettiin jäähtyä noin 32 °C:seen. Sekoittaminen lopetettiin ja emulsio siirrettiin varastoitavaksi ja arvioitavaksi. Emulsion stabiiliisuus arvioitiin noin 43 °C:ssa 1 kuukauden ajalle, huoneenlämpötilassa 3 kuukauden ajalle ja noin 2 °C:ssa 1 kuukauden ajalle. Kussakin tapauksessa emulsio oli stabiili ja sen levittäminen lasilevyille oli helppoa.

Vastaavasti muita teollisia öljymäisiä materiaaleja kuten polybutyleenejä, polyetylenejä, silikoneja, polysilikoneja, kumeja jne. voidaan emulgoida helposti yhdistämällä keksinnön mukaisia suhteellisen korkean HLT:n ftalamaattiemulgaattoreita suhteellisen alhaisen HLT:n emulgaattoriin, aina noin 80 paino-%:iin öljymäistä materiaalia ja q.s. 100 vettä.

Kuten edeltävästä selityksestä ilmenee, keksintö voidaan esittää erilaisia muutoksia ja modifikaatioita käsittävissä suoritusmuodoissa, jotka saattavat poiketa edeltävässä selityksessä ja kuvauksessa nimeomaisesti kuvatuista. Tästä syystä tulee tulla täysin selväksi, että edeltävä on tarkoitettu vain havainnollistavaksi. Sen ei tule käsittää tai tulkita rajaavan tai muutoin rajoittavan esillä olevaa keksintöä lukuunottamatta sitä, mikä esitetään ja määritellään oheisissa patenttivaatimuksissa.

Patenttivaatimukset:

1. Pinta-aktiivinen aine tai emulgaattori,
5 t u n n e t t u siitä, että sen yleinen kaava on:



jossa R_1 ja R_2 valitaan toisistaan riippumatta ryhmästä,
15 jonka muodostavat H, C_1 - C_{40} -suoraketjuiset tai -haarautuneet, substituoidut tai substituomattomat alkyyli-, sykloalkyyli-, alkyleeni-, alkaryyli-, aryyli- tai R_3 -O- R_4 -ryhmät, jolloin R_3 ja R_4 valitaan kumpikin toisistaan riippumatta ryhmästä, jonka muodostavat C_1 - C_{22} -suoraketjuiset
20 tai -haarautuneet, substituoidut tai substituomattomat alkyyli-, sykloalkyyli-, alkyleeni-, alkaryyli- ja aryyli-ryhmät;

y on kokonaisluku, jonka arvo tyydyttää M:n valenssin; ja

25 M on kationi.

2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen pinta-aktiivinen aine, t u n n e t t u siitä, että M valitaan ryhmästä, jonka muodostavat H, Na, K, NH_4 (mukaan lukien $(CH_3CH_2)_3NH$, $(CH_3CH_2)_2NH_2$, $(HOCH_2CH_2)_3NH$, $(HOCH_2CH_2)_2NH_2$ ja samankaltaiset ammoniumjohdannaiset), Ba, Ca, Mg, Al, Ti, Zr ja mainittujen seokset.
30

3. Jonkin edeltävän patenttivaatimuksen mukainen pinta-aktiivinen aine, t u n n e t t u siitä, että M valitaan ryhmästä, jonka muodostavat Na, K, NH_4 (mukaan lu-

kien $(\text{CH}_3\text{CH}_2)_3\text{NH}$, $(\text{CH}_3\text{CH}_2)_2\text{NH}_2$, $(\text{HOCH}_2\text{CH}_2)_3\text{NH}$, $(\text{HOCH}_2\text{CH}_2)_2\text{NH}_2$ ja samankaltaiset ammoniumjohdannaiset).

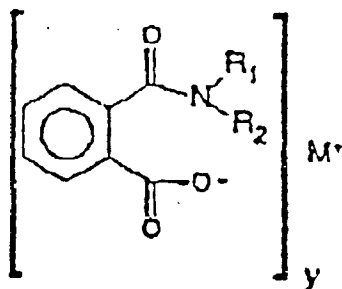
4. Jonkin edeltävän patenttivaatimuksen mukainen pinta-aktiivinen aine, t u n n e t t u siitä, että R_1 ja R_2 ovat identtiset tai erilaisia ja valitaan ryhmästä, jonka muodostavat H tai C_1 - C_{22} -alkyyli-ryhmät.

5. Jonkin edeltävän patenttivaatimuksen mukainen pinta-aktiivinen aine, t u n n e t t u siitä, että R_1 ja R_2 ovat identtiset tai erilaisia ja valitaan ryhmästä, jonka muodostavat H tai C_1 - C_{18} -alkyyli-ryhmät.

6. Jonkin edeltävän patenttivaatimuksen mukainen pinta-aktiivinen aine, t u n n e t t u siitä, että mainittu pinta-aktiivinen aine valitaan ryhmästä, jonka muodostavat:

15 natrium-N-metyyli-N-dodesyyli-*ftalamaatti*;
natrium-N-metyyli-N-oktadesyyli-*ftalamaatti*;
natrium-N-metyyli-N-heksadesyyli-*ftalamaatti*;
natrium-N-metyyli-N-taliftalamaatti;
natrium-N-metyyli-N-kookos-*ftalamaatti*;
20 natrium-N-dodesyyli-*ftalamaatti*;
natrium-N-oktadesyyli-*ftalamaatti*;
natrium-N-heksadesyyli-*ftalamaatti*;
natrium-N-taliftalamaatti; natrium-N-kookos-*ftalamaatti*;
natrium-N-isododesyylioksi-*propyyli-ftalamaatti*;
25 N,N-di(hydrattu tali)-*ftalamiinihappo*; N,N-di(hydrattu tali)-*ftalamiinihappodi(hydrattu tali)ammoniumsuola* ja mainittujen seokset ja niiden vastaavat kalium-, ammonium-, trietyyliammonium- ja trietanoli-*ammoniumsuolat*.

7. Menetelmä pinta-aktiivisen aineen syntetisoimiseksi, jonka yleinen kaava on:



jossa R_1 ja R_2 valitaan toisistaan riippumatta ryhmästä, jonka muodostavat H tai C_1 - C_{40} -suoraketjuiset tai -haarautuneet, substituoidut tai substituoimattomat alkyyli-, sykloalkyyli-, alkyleeni-, alkaryyli-, aryyli- tai R_3 -O- R_4 -ryhmät, jolloin R_3 ja R_4 valitaan toisistaan riippumatta ryhmästä, jonka muodostavat oleellisesti C_1 - C_{22} -suoraketjuiset tai -haarautuneet, substituoidut tai substituoimattomat alkyyli-, sykloalkyyli-, alkyleeni-, alkaryyli- ja aryyli-ryhmät; y on kokonaisluku, jonka arvo tyydyttää $M:n$ valenssin; ja M on kationi; joka menetelmä on tunnettu siitä, että se käsittää seuraavat vaiheet:

joko (A) sulatettu ftaalihappoanhydridi saatetaan kosketuksiin ainakin primaarisen amiinin kanssa, jonka kaava on R_5NH_2 , jolloin R_5 valitaan ryhmästä, jonka muodostavat C_1 - C_{40} -suoraketjuiset tai -haarautuneet, substituoidut tai substituoimattomat alkyyli-, sykloalkyyli-, alkyleeni-, alkaryyli-, aryyli- tai R_3 -O- R_4 -ryhmät, jolloin R_3 ja R_4 määritellään kuten edellä, reaktio-olosuhteissa, jotka johtavat imidin muodostumiseen mainitun anhydridin ja mainitun amiinin välillä; ja

(B) mainittuun imidiin lisätään nukleofiilinen lähde, josta saadaan kationi, joka valitaan ryhmästä, jonka muodostavat Na, K, NH_4 ja niiden seokset, reaktio-olosuhteissa, jotka johtavat vastaavan alkalisuolan muodostumiseen; tai

(C) sulatettu ftaalihappoanhydridi saatetaan kosketuksiin ainakin sekundaarisen amiinin kanssa, jonka kaava on R_5R_6NH , jolloin R_5 ja R_6 valitaan toisistaan riippumatta ryhmästä, jonka muodostavat C_1 - C_{40} -suoraketjuiset tai -haarautuneet, substituoidut tai substituoimattomat alkyyli-, sykloalkyyli-, alkyleeni-, alkaryyli-, aryyli- tai R_3 -O- R_4 -ryhmät, jolloin R_3 ja R_4 määritellään kuten edellä, reaktio-olosuhteissa, jotka johtavat ftalamiinihapon muodostumiseen mainitun anhydridin ja mainitun amiinin välillä; ja

(D) mainittuun ftalamiinihappoon lisätään lähde, josta saadaan kationi, joka valitaan ryhmästä, jonka muodostavat Na, K, NH_4 (mukaan lukien $(\text{CH}_3\text{CH}_2)_3\text{NH}$, $(\text{CH}_3\text{CH}_2)_2\text{NH}_2$, $(\text{HOCH}_2\text{CH}_2)_3\text{NH}$, $(\text{HOCH}_2\text{CH}_2)_2\text{NH}_2$ ja samankaltaiset ammoniumjohdannaiset), Ba, Ca, Mg, Al, Ti, Zr ja mainittujen seokset, vastaavan suolan muodostamiseksi; tai

(E) ftaalihappoanhydridi saatetaan kosketuksiin ainakin tertiaarisen C_1 - C_{40} -amiinin kanssa samalla sekoittaen seoksen saamiseksi mainitusta anhydridistä ja mainitusta amiinista; ja

(F) mainittuun seokseen lisätään primaarinen tai sekundaarinen amiini, jonka kaava on $\text{R}_5\text{R}_6\text{NH}$, jolloin R_5 ja R_6 valitaan toisistaan riippumatta ryhmästä, jonka muodostavat oleellisesti H tai C_1 - C_{40} -suoraketjuiset tai -haarautuneet, substituoidut tai substituomattomat alkyyli-, sykloalkyyli-, alkyleeni-, alkaryyli-, aryyli- tai R_3 -O- R_4 -ryhmät, jolloin R_3 ja R_4 määritellään kuten edellä, reaktio-olosuhteissa, jotka johtavat alkyyliftalamaattisuolan muodostumiseen.

8. Elintarvikekoostumus, t u n n e t t u siitä, että se käsittää noin 0,01 - noin 5,0 paino-% laskettuna koostumuksen kokonaispainosta 100 %:na patenttivaatimuksen 1 mukaista elintarvike-emulgaattoria, ja määrän aina noin 99,99 paino-% laskettuna koostumuksen kokonaispainosta 100 %:na elintarvikelaatumateriaalia.

9. Liuottimia sietävä ihonhoitokoostumus, t u n n e t t u siitä, että se käsittää:

i. noin 0,01 - noin 10,0 paino-% laskettuna koostumuksen kokonaispainosta 100 %:na patenttivaatimuksen 1 mukaista primaarista, kosmeettista emulgaattoria;

ii. noin 0,01 - noin 10,0 paino-% sekundaarista kosmeettista emulgaattoria; ja

iii. riittävän määrän kosmeettista pehmitintä, jotta pehmittimen suhde emulgaattoriin on noin 3:1 - noin 30:1.

10. Hiustenhoitokoostumus, t u n n e t t u siitä, että se käsittää:

5 i. noin 0,01 - noin 10,0 paino-% laskettuna koostumuksen kokonaispainosta 100 %:na hoitavaa pinta-aktiivista ainetta, joka on patenttivaatimuksen 1 mukainen pinta-aktiivinen aine;

ii. noin 10,0 - noin 25,0 paino-% laskettuna koostumuksen kokonaispainosta 100 %:na puhdistavaa materiaalia; ja

10 iii. q.s. 100 vesimateriaalia.

11. Emulgoitu öljy-vedessä-koostumus, t u n n e t t u siitä, että se käsittää:

15 i. noin 0,01 - noin 10,0 paino-% laskettuna koostumuksen kokonaispainosta 100 %:na suhteellisen korkean HLT:n emulgaattoria, joka on patenttivaatimuksen 1 mukainen pinta-aktiivinen aine;

ii. noin 0,01 - noin 10,0 paino-% laskettuna koostumuksen kokonaispainosta 100 %:na suhteellisen alhaisen HLT:n emulgaattoria;

20 iii. aina noin 80 paino-% laskettuna koostumuksen kokonaispainosta 100 %:na öljymäistä materiaalia; ja

iv. q.s. 100 vettä.

25 12. Maatalouskemikaalikoostumus, t u n n e t t u siitä, että se käsittää aina noin 10 paino-% laskettuna kokonaispainosta 100 %:na patenttivaatimuksen 1 mukaista emulgaattoria ja tehokkaan määrän aktiivista maatalouskemikaalia sopivassa kantajassa.

30 13. Lateksipolymeeripäällystemateriaali, t u n n e t t u siitä, että se käsittää oleellisesti tasa-aineisen seoksen etyleenittydyttymättömiä monomeerejä, metakrylaattiestereitä, vinyyliestereitä ja muita tunnettuja lateksin muodostavia monomeerejä, jolloin oheen on sisällytetty käynnistimet, emäs, vettä sekä tietty määrä pinta-aktiivista ainetta, joka on patenttivaatimuksen 1 mukainen tai valmistettu patenttivaatimuksen 7 mukaisella

35

menetelmällä, johon seokseen on kohdistettu emulsiopolymerisaatioreaktio stabiilin lateksin saamiseksi.

5 14. Liimapäällystemateriaali, t u n n e t t u siitä, että se käsittää oleellisesti tasa-aineisen seoksen etyleenityydyttymättömiä monomeerejä, metkrylaattiestereitä, vinyyliestereitä ja muita tunnettuja lateksin muodostavia monomeerejä, jolloin oheen on sisällytetty käynnistimet, emäs, vettä sekä tietty määrä pinta-aktiivista ainetta, joka on patenttivaatimuksen 1 mukainen, johon seokseen on kohdistettu emulsiopolymerisaatioreaktio
10 stabiilin liimamassan saamiseksi.

15 15. Emulsio, jonka viskositeetti on suhteellisen alhainen, t u n n e t t u siitä, että siinä on valittua raakaöljyä, vettä ja emulgaattoria, joka on patenttivaatimuksen 1 mukainen pinta-aktiivinen aine.

16. Tekstiilien puhdistusliuos, t u n n e t t u siitä, että se käsittää määrän aina noin 50 paino-% laskettuna koostumuksen kokonaispainosta 100 %:na patenttivaatimuksen 1 mukaista pinta-aktiivista ainetta.

20 17. Menetelmä tekstiilien/kankaiden käsittelemiseksi, jossa emulgoituja voiteluaineita/pehmenysaineita/dispergoimisaineita käytetään pinta-aktiivisen aineen ohella tekstiilinkäsittelymenettelyissä, kuten kehräysviimeistely, kuituviimeistely, kehräys, puolaus tai samankaltaiset, t u n n e t t u siitä, että käytetään patenttivaatimuksen 1 mukaista pinta-aktiivista ainetta.

25 18. Menetelmä sulpun valmistamiseksi lignoselluloosamateriaalista, kuten puulastuista, käsittelemällä mainittua materiaalia alkalisella selluloosan keittoliemellä valitussa lämpötilassa, paineessa ja valitun ajan sulpun saamiseksi, jonka Kappa-arvo on valitulla alueella, t u n n e t t u siitä, että sen mukaan:

30 i. lisätään määrä aina noin 10 paino-% laskettuna tuotettavan kuivan sulpun paino 100 %:na patenttivaatimuksen 1 mukaista pinta-aktiivista ainetta;
35

ii. mainittu selluloosan keittoliemi ja lignoselluloosamateriaali, josta ligniini on ainakin osittain poistettu, poistetaan laitteistosta; ja

5 iii. mainittu keittoliemi mainitusta lignoselluloosamateriaalista, josta ligniini on osittain poistettu, korvataan vedellä tai vesiliemellä sulpun saamiseksi, jonka Kappa-arvo on valitulla alueella.

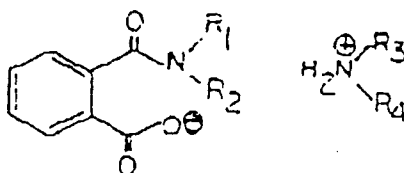
19. Menetelmä polyuretaani/isosyanuraattivaahdon tuottamiseksi, t u n n e t t u siitä, että sen mukaan:

10 i. polyuretaani/isosyanuraattivaahdon muodostavaan koostumukseen sekoitetaan määrä aina noin 10 paino-% laskehtuna koostumuksen kokonaispaino 100 %:na patenttiväätimuksen 1 mukaista pinta-aktiivista ainetta; ja

ii. mainitusta seoksesta muodostetaan vaahto.

15 20. Pinta-aktiivinen aine -liuos, t u n n e t t u siitä, että se käsittää tehokkaan pinta-aktiivisen määrän (a) suolaa, jonka kaava on:

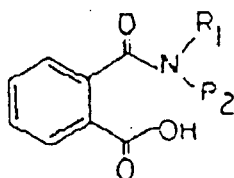
20



25

jossa R_1 , R_2 , R_3 ja R_4 ovat identtiset tai erilaisia ja ovat suoraketjuisia tai haarautuneita alkyyliryhmiä, joissa on 10 - 40 hiiliatomia, tai aryyli-suoraketjuisia tai -haarautuneita alkyyliryhmiä, joissa on 10 - 40 hiiliatomia; tai (b) happoa, jonka kaava on:

30



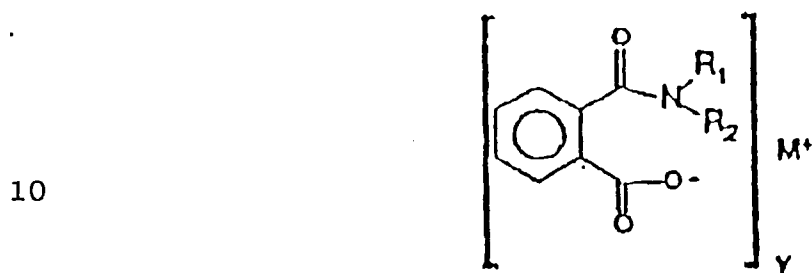
35

jossa R_1 ja R_2 määritellään kuten edellä; tai (c) mainitun suolan ja mainitun hapon seosta.

21. Patenttivaatimuksen 1 mukaisen pinta-aktiivisen aineen tai emulgaattorin käyttö, t u n n e t t u
5 siitä, että käyttö tapahtuu pinta-aktiivisena aineena tai emulgaattorina elintarvikkeissa, ihonhoitovalmisteissa, hiustenhoitovalmisteissa, kankaan pehmennysaineissa, raa-
kaöljyemulsioissa, tekstiilien käsittelyssä, sulpun valmistuksessa lignoselluloosamateriaalista tai polyuretaani-
10 ni/isosyanuraattivaahtojen valmistuksessa.

Patentkrav:

1. Ytaktivt medel eller emulgator med den allmänna
5 formeln



vari R_1 och R_2 självständigt valts bland H, C_1 - C_{40} - rakked-
jade eller förgrenade, substituerade eller osubstituerade
15 alkyl-, cykloalkyl-, alkylen-, alkaryl-, aryl- eller R_3 -O-
 R_4 -grupper, vari R_3 och R_4 självständigt valts bland C_1 - C_{22} -
rakkedjade eller förgrenade, substituerade eller osubsti-
tuerade alkyl-, cykloalkyl-, alkylen-, alkaryl- och aryl-
grupper; Y är ett heltal med ett värde, vilket tillfreds-
20 ställer valensen för M; och M är en katjon.

2. Ytaktivt medel enligt patentkravet 1, k ä n -
n e t e c k n a t därav, att M valts bland H, Na, K, NH_4
(inklusive $(\text{CH}_3\text{CH}_2)_3\text{NH}$, $(\text{CH}_3\text{CH}_2)_2\text{NH}_2$, $(\text{HOCH}_2\text{CH}_2)_3\text{NH}$,
(HOCH_2CH_2) $_2\text{NH}_2$ och liknande ammoniumderivat), Ba, Ca, Mg,
25 Al, Ti, Zr och blandningar av dessa.

3. Ytaktivt medel enligt något av föregående pa-
tentkrav, k ä n n e t e c k n a t därav, att M valts
bland Na, K, NH_4 (inklusive $(\text{CH}_3\text{CH}_2)_3\text{NH}$, $(\text{CH}_3\text{CH}_2)_2\text{NH}_2$,
(HOCH_2CH_2) $_3\text{NH}$, (HOCH_2CH_2) $_2\text{NH}_2$ och liknande ammoniumderivat).
30

4. Ytaktivt medel enligt något av föregående pa-
tentkrav, k ä n n e t e c k n a t därav, att R_1 och R_2 är
identiska eller olika och valts bland H eller C_1 - C_{22} -alkyl-
grupper.

5. Ytaktivt medel enligt något av föregående pa-
35 tentkrav, k ä n n e t e c k n a t därav, att R_1 och R_2 är

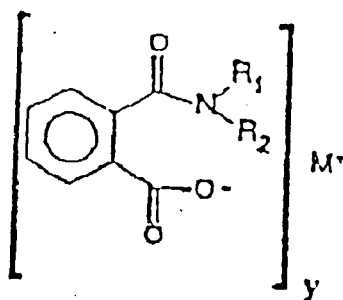
identiska eller olika och valts bland H eller C₁-C₁₈-alkylgrupper.

6. Ytaktivt medel enligt något av föregående patentkrav, k ä n n e t e c k n a t därav, att nämnda ytaktiva medel valts bland:

- natrium-N-metyl-N-dodecylftalamat;
- natrium-N-metyl-N-oktadecylftalamat;
- natrium-N-metyl-N-hexadecylftalamat;
- natrium-N-metyl-N-talgftalamat;
- natrium-N-metyl-N-kokosftalamat;
- natrium-N-dodecylftalamat;
- natrium-N-oktadecylftalamat;
- natrium-N-hexadecylftalamat;
- natrium-N-talgftalamat;
- natrium-N-kokosftalamat;
- natrium-N-isododecyloxipropylftalamat;
- N,N-di(hydrerad talg)ftalaminsyra;
- N,N-di(hydrerad talg)ftalaminsyra-di(hydrerad talg)ammoniumsalt; och
- blandningar av dessa samt deras motsvarande kalium-, ammonium-, trietylammonium- och trietanolammoniumsalter.

7. Förfarande för syntetisering av ett ytaktivt medel med den allmänna formeln:

25



30

vari R₁ och R₂ självständigt valts bland H, C₁-C₄₀- rakkedjade eller förgrenade, substituerade eller osubstituerade alkyl-, cykloalkyl-, alkylen-, alkaryl-, aryl- eller R₃-O-R₄-grupper, vari R₃ och R₄ självständigt valts bland C₁-C₂₂-rakkedjade eller förgrenade, substituerade eller osubsti-

35

tuerade alkyl-, cykloalkyl-, alkylen-, alkaryl- och aryl-grupper; Y är ett heltal med ett värde, vilket tillfredsställer valensen för M; och M är en katjon, k ä n n e - t e c k n a t därav, att man antingen:

5

(A) kontaktar smält ftalsyra-anhydrid med åtminstone en primär amin med formeln R_5NH_2 , vari valts bland C_1 - C_{40} -racketjade eller förgrenade, substituerade eller osubstituerade alkyl-, cykloalkyl-, alkylen-, alkaryl-, aryl- eller R_3 -O- R_4 -grupper, vari R_3 och R_4 är såsom ovan definierats under reaktionsförhållanden, vilka leder till bildande av en imid mellan nämnda anhydrid och nämnda amin; och

10

(B) tillsätter nämnda imid en nukleofil källa, vilken producerar en katjon, vilken valts bland Na, K, NH_4 och blandningar av dessa under reaktionsförhållanden, vilka leder till bildande av motsvarande alkaliskt;

15

(C) kontaktar smält ftalsyra-anhydrid med åtminstone en sekundär amin med formeln R_5R_6NH , vari R_5 och R_6 självständigt valts bland C_1 - C_{40} -racketjade eller förgrenade, substituerade eller osubstituerade alkyl-, cykloalkyl-, alkylen-, alkaryl-, aryl- eller R_3 -O- R_4 -grupper, vari R_3 och R_4 är såsom ovan definierats under reaktionsförhållanden, vilka leder till bildande av ftalaminsyra mellan nämnda anhydrid och nämnda amin; och

20

25

(D) tillsätter nämnda ftalaminsyra en källa, vilken producerar en katjon, vilken valts bland Na, K, NH_4 , (inklusive $(CH_3CH_2)_3NH$, $(CH_3CH_2)_2NH_2$, $(HOCH_2CH_2)_3NH$, $(HOCH_2CH_2)_2NH_2$ och liknande ammoniumderivat), Ba, Ca, Mg, Al, Ti, Zr och blandningar av dessa för bildande av motsvarande salt;

30

(E) kontaktar ftalsyra-anhydrid med åtminstone en tertiär C_1 - C_{40} -amin genom omröring för erhållande av en blandning av nämnda anhydrid och nämnda amin; och

35

(F) tillsätter blandningen en primär eller sekundär amin med formeln R_5R_6NH , vari R_5 och R_6 självständigt valts

bland väsentligen H eller C_1 - C_{40} -rakketjade eller förgrenade, substituerade eller osubstituerade alkyl-, cykloalkyl-, alkylen-, alkaryl-, aryl- eller R_3 -O- R_4 -grupper, vari R_3 och R_4 är såsom ovan definierats under reaktionsförhållanden, vilka leder till bildande av ett alkylftalamatsalt.

8. Livsmedelskomposition, k ä n n e t e c k n a d därav, att beräknat på 100 vikt-% av totala kompositionen innehåller ca 0,01 - ca 5,0 vikt-% av en livsmedelsemulgator enligt patentkravet 1 och en mängd av upp till 99,99 vikt-% av ett livsmedelskvalitetsmaterial, även beräknat på 100 vikt-% av totala kompositionen.

9. Lösningstolerant hudvårdskomposition, k ä n n e t e c k n a d därav, att den

15 i. beräknat på 100 vikt-% av totala kompositionen innehåller ca 0,01 - ca 10,0 vikt-% av en primär kosmetisk emulgator enligt patentkravet 1;

ii. ca 0,01 - ca 10,0 vikt-% av en sekundär kosmetisk emulgator; och

20 iii. en tillräcklig mängd kosmetisk mjukgörare för uppnående av ett förhållande mjukgörare/emulgator i området ca 3:1 - ca 30:1.

10. Hårvårdskomposition, k ä n n e t e c k n a d därav, att den

25 i. beräknat på 100 vikt-% av totala kompositionen innehåller ca 0,01 - ca 10,0 vikt-% vårdande ytaktivt medel, vilket är ett ytaktivt medel enligt patentkravet 1;

ii. beräknat på 100 vikt-% av totala kompositionen innehåller ca 10,0 - ca 25,0 vikt-% renande material; och

30 iii. q.s. 100 vattenhaltigt material.

11. Emulgerad olja-i-vatten-komposition, k ä n n e t e c k n a d därav, att den

i. beräknat på 100 vikt-% av totala kompositionen innehåller ca 0,01 - ca 10,0 vikt-% av en emulgator med rela-

tivt högt HLB-värde, i form av ett ytaktivt medel enligt patentkravet 1;

ii. beräknat på 100 vikt-% av totala kompositionen innehåller ca 0,01 - ca 10,0 vikt-% av en emulgator med relativt lågt HLB-värde;

iii. beräknat på 100 vikt-% av totala kompositionen innehåller upp till ca 80 vikt-% av ett oljigt material; och
iv. q.s. vatten.

12. Agrikulturell kemisk komposition, k ä n n e -
t e c k n a d därav, att den beräknat på 100 vikt-% av totala kompositionen innehåller en mängd upp till ca 10 vikt-% av en emulgator enligt patentkravet 1 och en effektiv mängd av en aktiv agrikulturell kemikalie i en lämplig bärare.

13. Latexpolymeröverdragsmaterial, k ä n n e -
t e c k n a t därav, att det innehåller en väsentligen homogen blandning av etyleniskt omättade monomerer, metakrylatestrar, vinylestrar och andra kända latexbildande monomerer, tillsammans med initiatorer, en bas, vatten och en bestämd mängd av ett ytaktivt medel enligt patentkravet 1 eller framställt med ett förfarande enligt patentkravet 7, enligt vilket blandningen utsatts för en emulsionspolymeriseringsreaktion för erhållande av ett stabilt latex.

14. Adhesivt överdragsmaterial, k ä n n e t e c k -
n a t därav, att det innehåller en väsentligen homogen blandning av etyleniskt omättade monomerer, metakrylatestrar, vinylestrar och andra kända latexbildande monomerer, tillsammans med initiatorer, en bas, vatten och en bestämd mängd av ett ytaktivt medel enligt patentkravet 1 enligt vilket blandningen utsatts för en emulsionspolymeriseringsreaktion för erhållande av en stabil adhesiv massa.

15. Emulsion med relativt låg viskositet, k ä n -
n e t e c k n a d därav, att den föreligger i form av

petroleumolja, vatten och en emulgator i form av ett ytaktivt medel enligt patentkravet 1.

5 16. Textilrengöringslösning, k ä n n e t e c k -
n a d därav, att den, beräknast på 100 vikt-% av totala
kompositionen, innehåller en mängd av upp till ca
50 vikt-% av ett ytaktivt medel enligt patentkravet 1.

10 17. Förfarande för behandling av textilier/tyger,
vari emulgerade smörjmedel/mjukgörare/dispergeringsmedel
används med ett ytaktivt medel i textilbehandlingsförfaranden,
såsom spinslutbehandling, fiberslutbehandling,
spinning, spolning eller liknande, k ä n n e t e c k n a t
därav, att man använder ett ytaktivt medel enligt patentkravet 1.

15 18. Förfarande för framställning av massa från ett
lignocellulosamaterial, såsom träsplint genom behandling
av materialet med en alkalisk kokvätska vid en vald temperatur,
under tryck och under en tillräckligt lång tid för
erhållande av en massa med ett Kappa-tal i ett valt område,
k ä n n e t e c k n a t därav, att man

20 i. beräknat på 100 vikt-% framställd torr massa tillsätter
en mängd upp till ca 10 vikt-% av ett ytaktivt medel enligt
patentkravet 1;

ii. avleder nämnda kokvätska och det åtminstone delvis
avlignifierade lignocellulosamaterialet; och

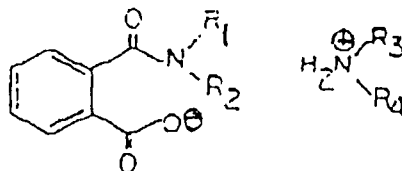
25 iii. ersätter nämnda kokvätska från det delvis avlignifierade
lignocellulosamaterialet med vatten eller vattenhaltigt lut för
erhållande av massa med ett Kappatal i ett valt område.

30 19. Förfarande för framställning av ett polyuretan/isocyanuratskum,
k ä n n e t e c k n a t därav, att man

35 i. beräknat på 100 vikt-% av totala kompositionen blandar
en mängd av upp till ca 10 vikt-% av ett ytaktivt medel enligt
patentkravet 1 med en polyuretan/isocyanuratskumbildande
komposition; och

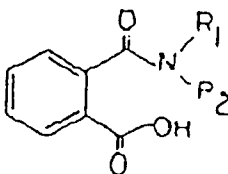
ii. bildar ett skum av nämnda blandning.

20. Ytaktiv lösning, k ä n n e t e c k n a d där-
av, att den omfattar en effektiv ytaktiv mängd av
(a) ett salt med formeln:



vari R_1 , R_2 , R_3 och R_4 är identiska eller olika och beteck-
nar rakkedjade eller förgrenade alkylgrupper med 10 - 40
kolatomer eller aryl-rakkedjade eller förgrenade alkyl-
grupper med 10 - 40 kolatomer; eller av

(b) en syra med formeln:



vari R_1 och R_2 är såsom ovan definierats; eller av

(c) en blandning av nämnda salt och nämnda syra.

21. Användning av ett ytaktivt medel eller emul-
gator enligt patentkravet 1 som ytaktivt medel eller emul-
gator i livsmedel, hudvårdspreparat, hårvårdspreparat,
avivagemedel, petroleumemulsioner, textilbehandling, fram-
ställning av massa ur lignocellulosamaterial eller fram-
ställning av polyuretan/isocyanuratskum.