



(19) Országkód

HU



**MAGYAR
KÖZTÁRSASÁG**

**MAGYAR
SZABADALMI
HIVATAL**

SZABADALMI LEÍRÁS

(11) Lajstromszám:

219 203 B

(21) A bejelentés ügyszáma: P 96 01418

(22) A bejelentés napja: 1994. 11. 02.

(30) Elsőbbségi adatok:

9324128.9 1993. 11. 24. GB

9402576.4 1994. 02. 10. GB

9418053.6 1994. 09. 07. GB

(86) Nemzetközi bejelentési szám: PCT/EP 94/03613

(87) Nemzetközi közzétételi szám: WO 95/14767

(51) Int. Cl.⁷

C 11 D 17/06

C 11 D 3/12

C 11 D 10/04

(40) A közzététel napja: 1997. 04. 28.

(45) A megadás meghirdetésének dátuma a Szabadalmi
Közlönyben: 2001. 03. 28.

(72) Feltalálók:

Boskamp, Jelles Vincent, Vlaardingen (NL)
Houghton, Mark Philip, Berkel en Rodenrijs (NL)
Joyeux, Christophe, Rotterdam (NL)
Rowe, Carolyn Angela, Vlaardingen (NL)
Verschelling, Gilbert Martin, Vlaardingen (NL)
Zuidgeest, Petra, Vlaardingen (NL)
van Lare, Cornelis Elisabeth Johannes,
Vlaardingen (NL)

(73) Szabadalmas:

Unilever N.V., Rotterdam (NL)

(74) Képviselő:

dr. Vitális László, DANUBIA Szabadalmi
és Védjegy Iroda Kft., Budapest

(54)

Szemcsés mosószerkészítmény és eljárás előállítására

KIVONAT

A találmány szerinti szemcsés mosószer porlasztásos szárítástól eltérő eljárás közvetlen, ömlesztett állapotban legalább 650 g/l sűrűségű terméke, amely lényegileg homogén szemcsés alapanyagból és adott esetben utánadagolt alkotórészekből áll, és

- 15–50 tömeg% szerves felületaktív rendszert,
- 20–70 tömeg% (vízmentes anyagként számított) alkálifém-alumínium-szilikát-hordozót,
- 0,5–40 tömeg% vízzoldható citromsavsó
- és adott esetben 100 tömeg%-ra kiegészítő mennyiségben egyéb mosószer-alkotórészt

tartalmaz. A készítményre számítva legalább 0,5 tömeg% citromsavsó a lényegileg homogén szemcsés alapanyagban van, és a lényegileg homogén szemcsés alapanyagban lévő citromsavsó teljes mennyiségének Rosin–Rammler-féle szemcsemérete 800 µm-nél kisebb.

A találmány tárgyköréhez tartozik továbbá a fenti mosószer előállítási eljárása, valamint 800 µm-nél kisebb Rosin–Rammler-féle szemcseméretű citromsavsó alkalmazása szemcsés mosószer oldódási tulajdonságainak javítására.

A találmány szerves felületaktív anyagokat és zeolithor-dozót tartalmazó, ömlesztett állapotban nagy sűrűségű szemcsés mosószerre és előállítására vonatkozik.

A mosószergyártó iparban az utóbb időben az ömlesztett állapotban nagy sűrűségű porok irányába mutató tendencia érvényesül, amelyeket olyan eljárásokkal állítanak elő, amelyek a hagyományos porozítást megszüntetik vagy elő sem idézik. Ezek az eljárások magukban foglalják a porlasztásos szárítással előállított porok – a toronyban végzett kezelést követő – tömörítését, és még előnyösebben a tornyot teljesen elhagyó, szárazkeverést, agglomerálást és granulálást alkalmazó, valamint hasonló eljárásokat.

Az EP 544 492A nagy mennyiségű hatásos felületaktív rendszert (etoxilezett nemionos felületaktív anyagot és primer alkohol-szulfátot), zeolithor-dozót és adott esetben egyéb alkotórészeket tartalmazó, ömlesztett állapotban nagy sűrűségű, por alakú mosószert ismertet. A viszonylag nagy mennyiségben használt zeolit lehetővé teszi ezeket a folyékony felületaktív anyagokat nagy mennyiségben tartalmazó szabadon folyó porok formulálását.

Ezek a készítmények lényegében sűrű, szemcsés alapanyagból állnak, amely felületaktív anyagokat, zeolitot, nátrium-karbonátot, szappant és egyéb kis mennyiségű alkotórészeket tartalmaznak, amelyet előnyösen tornyot nem alkalmazó keverési és granulálási eljárással állítanak elő, többek között nagy sebességű keverő/granuláló berendezésben, amely nagy sebességű keverő- és vágóhatást egyesít.

Az alapporhoz további alkotórészek keverhetők (utánadagolhatók), amelyek az alapporba történő adagolásra különböző okok miatt alkalmatlanok lehetnek. Ilyen alkotórészek többek között fehérítőhatású persók, fehérítőszer-prekurzorok és fehérítőszer-stabilizátorok, enzimgranulátumok, habzást szabályozó granulátumok és illatosítóanyagok.

Az ilyen típusú formulálásokkal azonban bizonyos nehézségeket tapasztaltak automata mosógépekben a por hatóanyagainak a mosólúgba történő továbbítása tekintetében. A továbbítás két lépésből álló folyamat. Az első lépés a por beadagolása a mosólúgba vagy a mosógép adagolórekeszéből, vagy a por gyártója által szállított (labda vagy hasonló alakú) adagolóberendezésből. A második lépés a mosóvízbe jutása után a por feloldódása.

Meglepő módon azt állapítottuk meg, hogy az előzőekben említett típusú, ömlesztett állapotban nagy sűrűségű porok továbbítása jelentősen javítható, ha kis szemcseméretű citromsavót viszünk be a nagy sűrűségű, szemcsés alapporba. Kívánt esetben további (nem szükségszerűen kis szemcseméretű) citrátot utánadagolhatunk.

A technika állásából citrátok ismertek mosószerek hordozóként zeolitok kiegészítésére használva. Zeolithordozó-tartalmú porokban citrátok használatát ismerteti többek között az EP 313 143A, EO 313 144A, EP 448 297A, EP 448 298A, GB 1 408 678, EP 1310A, EP 1853B, EP 326 208A, EP 456 315A, WO 91/15566A, DE 2 336 182C, valamint

GB 2 095 274B. A technika állásából ismert nátrium-citrát bevitelére hagyományos, porlasztásos szárítással előállított pórusos alapporokba, valamint nátrium-citrát utánadagolása is ismert.

5 Nátrium-citrátot tartalmazó, ömlesztett állapotban nagy sűrűségű mosóport ismertet a WO 94/28109 dokumentum, amely szerint a nátrium-citrát utánadagolása azonban viszonylag durva anyagként történik (a jellemző átlagos szemcseméret meghaladja a 800 µm értéket).

10 Az EP 425 277A ömlesztett állapotban nagy sűrűségű, porlasztással szárított alappor tömörítése útján előállított mosóport ismertet. A mosópor szappant, nemionos felületaktív anyagot, zeolitot és nátrium-citrátot tartalmaz.

15 Az EP 349 201A alapján tömör mosópor előállítása ismerhető meg, amelynek során vizes felületaktív pasztát kevernek száraz detergensalkotókkal sűrű pép előállítása céljából, majd a sűrű pépet gyorsan lehűtve és finom diszperzióvá keverve szemcsékké granulálják. A dokumentum zeolitot és nagy mennyiségű (jellemzően 17–27 tömeg%) nátrium-citrátot tartalmazó készítményeket ismertet.

20 A szakirodalomban nem írták azonban le meghatározott szemcseméretű citrát bevitelét nem porlasztással szárított alapporba ömlesztett állapotban nagy sűrűségű por továbbításának és oldódásának javítására.

25 A fentiek alapján a találmány szemcsés mosószere, amely porlasztásos szárítástól eltérő eljárás közvetlen, ömlesztett állapotban legalább 650 g/l sűrűségű terméke, amely lényegileg homogén szemcsés alapanyagból és adott esetben utánadagolt alkotórészekből áll, és

- a) 15–50 tömeg% szerves felületaktív rendszert,
- b) 20–70 tömeg% (vízmentes anyagként számított) alkálifém-alumínium-szilikát-hordozót,
- 35 c) 0,5–40 tömeg% vízzeloldható citromsavót
- d) és adott esetben 100 tömeg%-ra kiegészítő mennyiségben egyéb mosószerek-alkotórészt

tartalmaz. A készítmény össztömegére számítva legalább 0,5 tömeg% citromsavó a lényegileg homogén szemcsés alapanyagban van, és a lényegileg homogén szemcsés alapanyagban lévő citromsavó teljes mennyiségének Rosin–Rammler-féle szemcsemérete 800 µm-nél kisebb. A Rosin–Rammler-féle szemcseméretű felületaktív anyagok és egyéb por alakú anyagok szemcseméretének jellemzésére elterjedten használt mérőszám (Ilnoya: Powder Technology Handbook, Marcel Dekker Inc., 1991, 10–13. oldal).

A leírásban a mosószere szemcsés alapanyagával kapcsolatban a „lényegileg homogén” kifejezésen azt értjük, hogy a számos alkotórészt tartalmazó szemcsés termékben az alkotórészek eloszlása egyenletes, tehát az egyes szemcsék összetétele azonos. A leírás további részében közöltek szerint az alappor előállítása során szilárd és folyékony alkotórészeket keverünk össze és granulálunk. Így ha az alappor anionos és nemionos felületaktív anyagot, zeolit detergensalkotót és nátrium-karbonátot tartalmaz, mindegyik szemcse tartalmazza az összes alkotórészt. Ezzel szemben utánadagolt alkotórészeket csak szárazkeveréssel kezelünk, ezért különálló szemcsékként vannak jelen a készítményben.

A találmány továbbá eljárás szemcsés mosószer előállítására, amelynek sűrűsége ömlesztett állapotban legalább 650 g/l, amelynek során felületaktív anyagokat, alkálifém-alumínium-szilikát-hordozót, vízdíszítósavot és adott esetben egyéb mosószer-alkotórészeket keverünk össze és granulálunk, és adott esetben további mosószer-alkotórészeket utánadagolunk. Az eljárás során

- a) 15–50 tömeg% szerves felületaktív rendszert,
- b) 20–70 tömeg% (vízmentes anyagként számított) alkálifém-alumínium-szilikát-hordozót,
- c) 0,5–40 tömeg% vízdíszítósavot
- d) és adott esetben 100 tömeg%-ra kiegészítő mennyiségben egyéb mosószer-alkotórészt

tartalmazó végső összetételű mosószer kapunk.

A találmány ezenkívül 800 µm-nél kisebb Rosin–Rammler-féle szemcseméretű citromsavó alkalmas szemcsés mosószer oldódási tulajdonságainak javítására, ahol a szemcsés mosószer porlasztásos szárítástól eltérő eljárás közvetlen, ömlesztett állapotban legalább 650 g/l sűrűségű terméke, amely lényegileg homogén szemcsés alapanyagból és adott esetben utánadagolt alkotórészekből áll, és

- a) 15–50 tömeg% szerves felületaktív rendszert,
- b) 20–70 tömeg% (vízmentes anyagként számított) alkálifém-alumínium-szilikát-hordozót,
- c) 0,5–40 tömeg% vízdíszítósavot
- d) és adott esetben 100 tömeg%-ra kiegészítő mennyiségben egyéb mosószer-alkotórészt

tartalmaz, és (a készítmény össztömegére számítva) legalább 1,5 tömeg% citromsavó a lényegileg homogén szemcsés alapanyagban van, és a lényegileg homogén szemcsés alapanyagban lévő citromsavó teljes mennyiségének Rosin–Rammler-féle szemcsemérete 800 µm-nél kisebb.

A találmány szerinti, ömlesztett állapotban nagy sűrűségű szemcsés mosószer alapvetően sűrű, szemcsés alapanyagból (a továbbiakban alapporból) és adott esetben utánadagolt alkotórészekből áll. A készítmény a következő alapvető alkotórészeket tartalmazza:

- a) felületaktív rendszer,
- b) alumínium-szilikát-hordozó és
- c) citromsavó, amelynek legalább egy része az alapporban van.

Szükség szerint vagy kívánt esetben egyéb választható alkotórészek is jelen lehetnek vagy az alapporban, vagy utánadagolva.

A készítményeket olyan keverési és granulálási eljárásokkal állítjuk elő, amelyek porlasztásos szárítást nem tartalmaznak.

A találmány szerinti készítményeket a szemcsék kis porozitása jellemzi. A szemcsék pórustérfogata előnyösen legfeljebb 10%, még előnyösebben legfeljebb 5%. Kíváncsú, hogy a szemcsék porozitása a lehető legkisebb legyen. A pórustérfogatot meghatározhatjuk híganyaggal lefolytatott pórusmérés útján.

A felületaktív rendszer

A találmány szerinti készítmények 15–50 tömeg%, előnyösen 15–30 tömeg% mennyiségben szerves felületaktív rendszert tartalmaznak.

A szerves felületaktív rendszert alkotó felületaktív anyag(ka)t kiválaszthatjuk a számos alkalmas detergensaktivitású vegyület közül. Ezeket a vegyületeket a szakirodalom részletesen ismerteti (Schwartz, Perry és Berch: Surface-Active Agents and Detergents, I. és II. kötet).

Az anionos felületaktív anyagok jól ismertek a szakember számára. Ezek lehetnek alkil-benzolszulfonátok, különösen 8–15 szénatomos alkil-láncot tartalmazó lineáris alkil-benzolszulfonátok; primer és szekunder alkil-szulfátok, különösen 8–24 szénatomos primer alkil-szulfátok; alkil-éter-szulfátok; olefinszulfonátok; alkil-xilolszulfonátok; dialkil-szulfoszukcinátok és zsírsav-észterszulfonátok. Általában előnyösek a vegyületek nátriumsói.

Az alkalmazható nemionos felületaktív anyagok lehetnek primer és szekunder alkohol-etoxilátok, előnyösen 1 mol alkoholra számítva 1–20 mol etilén-oxiddal etoxilezett 8–20 szénatomos alifás alkoholok, még előnyösebben 1 mol alkoholra számítva 1–10 mol etilén-oxiddal etoxilezett 10–15 szénatomos primer és szekunder alifás alkoholok. Nem etoxilezett nemionos felületaktív anyagok többek között lehetnek alkil-poliglikozidok, glicerín-monoéterek és polihidroxiamidok (glükamid).

A találmány szerinti előnyös készítmények legalább 5 tömeg%, előnyösebben legalább 10 tömeg% etoxilezett nemionos felületaktív anyagot tartalmaznak.

Az etoxilezett alkohol nemionos felületaktív anyagban az alkil-lánc előnyösen 8–18, még előnyösebben 12–16 szénatomos, az etoxilezés átlagos mértéke 2,5–8,0, előnyösen 4,0–8,0, még előnyösebben 5,2–8,0.

A nemionos felületaktív anyag – akár növényi, akár petrokémiai eredetű – túlnyomó részben vagy teljes mértékben előnyösen egyenes láncú. Különösen előnyösek a kókuszdióolajból származó nemionos felületaktív anyagok. A találmány oltalmi köréhez tartoznak azonban a részben elágazó láncú szintetikus anyagokat tartalmazó készítmények is.

A találmány előnyös kiviteli alakjának megfelelően etoxilezett nemionos felületaktív anyaggal kombinálva primer alkohol-szulfát (PAS) van jelen a felületaktív rendszerben. Ebben a kiviteli alakban az etoxilezett nemionos felületaktív anyag a felületaktív rendszernek előnyösen 30–90 tömeg%-át, még előnyösebben 40–70 tömeg%-át, a PAS a felületaktív rendszernek előnyösen 10–70 tömeg%-át, még előnyösebben 30–60 tömeg%-át teszi ki. A teljes készítmény előnyösen legalább 5 tömeg% PAS-t tartalmaz.

A PAS lánc hosszúsága alkalmasan 8–18 szénatomos, előnyösen 12–16 szénatomos. Kívánt esetben az EP 342 918A szerint ismertetett és igényelt lánc hosszúságú anyagok egyikei használhatók.

Előnyös a kizárólag vagy túlnyomó mértékben lineáris PAS. Különösen előnyös növényi eredetű, még előnyösebben kókuszdióolajból származó PAS (CocoPAS). Elágazó láncú PAS, így az EP 439 616A dokumentumban ismertetett és igényelt anyagok használata is a találmány oltalmi köréhez tartozik. A PAS előnyösen nátriumsó alakjában van jelen.

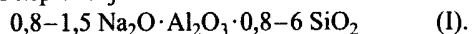
Egyéb anionos felületaktív anyagok is jelen lehetnek, a felületaktív rendszer azonban előnyösen legfeljebb 25 tömeg%, még előnyösebben legfeljebb 5 tömeg% alkil-benzolszulfonátokat tartalmaz. A tapasztalatok szerint ezek az anyagok hátrányosan befolyásolják a továbbítási és oldódási jellemzőket.

A találmány szerinti készítmények előnyösen zsírsavszappant is tartalmazhatnak, alkalmasan 1–5 tömeg% mennyiségben. A szappan azonban elsődlegesen a por szerkezetére hatva szabadon folyó port eredményez, és kevésbé hat felületaktív anyagként.

Az alumínium-szilikát-hordozó

A találmány szerinti mosószerekészítmények alkálifém-, előnyösen nátrium-alumínium-szilikát-hordozót tartalmaznak. A nátrium-alumínium-szilikátok (vízmentes anyagra számítva) általában 10–70 tömeg%, előnyösen 25–50 tömeg% mennyiségben használatosak.

Az alkálifém-alumínium-szilikát lehet kristályos vagy amorf, vagy azok elegye, összetétele az (I) általános képlettel jellemezhető:



Ezek az anyagok bizonyos mennyiségű kötött vizet tartalmaznak, a kalciumionokra vonatkoztatott ioncserélő képességük elvart értéke legalább 50 mg CaO/g. Az előnyös nátrium-alumínium-szilikátok [az (I) általános képletben] 1,5–3,5 SiO₂-egységet tartalmaznak. Nátrium-szilikát és nátrium-aluminát között lejátszódó reakció útján mind amorf, mind kristályos anyagokat előállíthatunk a szakirodalomban részletesen ismertetett módon.

Alkalmas kristályos, ioncserélő tulajdonságú nátrium-alumínium-szilikát-hordozókat ismertet többek között a GB 1 429 143. Az ilyen típusú előnyös nátrium-alumínium-szilikátok a kereskedelmi forgalomban A és X típusú zeolitként és azok elegyeiként kaphatók.

A használt zeolit lehet a mosodai mosóporokban elterjedten használt, a kereskedelmi forgalomban 4A típusú zeolit néven kapható termék. A találmány előnyös kiviteli alakjának megfelelően azonban a találmány szerinti készítményekben az EP 384 070A szerinti, maximális mennyiségű alumíniumot tartalmazó P típusú zeolitot (MAP típusú zeolitot) használjuk. A definíció szerint a MAP típusú zeolit olyan P típusú alkálifém-alumínium-szilikát, amelyben a szilícium-alumínium atomarány legfeljebb 1,33, előnyösebben legfeljebb 1,07, előnyösen a 0,90–1,33, még előnyösebben a 0,90–1,20, legelőnyösebben a 0,90–1,07 tartományban van.

Különösen előnyös az a MAP típusú zeolit, amelyben a szilícium-alumínium atomarány legfeljebb 1,07, még előnyösebben az arány névleges értéke 1. A MAP típusú zeolit kalciummegkötő képessége általában legalább 150 mg CaO/g vízmentes anyag.

A találmány szempontjából előnyös MAP típusú zeolit különösen finom eloszlású, és (az alábbiakban meghatározott) d₅₀-értéke a 0,1 és 5,0 µm, előnyösebben a 0,4 és 2,0 µm, legelőnyösebben a 0,4 és 1,0 µm közötti tartományban van. A „d₅₀”-mennyiség azt jelöli, hogy a szemcsék 50 tömeg%-ának átmérője kisebb, mint a megadott szám.

A citromsavsó

A találmány szerinti készítmények alapvető alkotórészként a citromsav valamely vízdoldható sóját is tartalmazza, amely előnyösen nátrium-citrát. A citromsavsó összesen 0,5–40 tömeg%, előnyösen 1–40 tömeg%, még előnyösebben 1–30 tömeg% mennyiségben van jelen.

A találmány egyik alapvető jellemzője, hogy a citrát legalább egy részét az alappor tartalmazza. Az alapporban lévő citrát mennyisége a készítmény össztömegére vonatkoztatva legalább 0,5 tömeg%, előnyösen legalább 1 tömeg%, alkalmasan az 1–15 tömeg% tartományban van.

Az összesen 1–40 tömeg% citromsavsót tartalmazó előnyös készítményekben legalább 1 tömeg% mennyiséget tartalmaz az alappor. Az összesen 5–40 tömeg% citromsavsót tartalmazó készítményekben legalább 3 tömeg%, előnyösen 3–5 tömeg% citromsavsó van az alapporban. Hatásosnak bizonyultak azonban kisebb, így 1 és 5 tömeg% közötti mennyiségek is.

A találmány szerinti készítmények kívánt esetben utánadagolt citrátot is tartalmazhatnak. Az utánadagolt citrát mennyisége alkalmasan 5–25 tömeg%.

Alapvető fontosságú, hogy az alapporban lévő citromsavsó teljes mennyiségének Rosin–Rammler-féle szemcsemérete 800 µm-nél kisebb, előnyösen legfeljebb 500 µm, még előnyösebben a 100 és 500 µm közötti tartományban legyen. A kereskedelmi forgalomban kapható alkalmas anyagok Rosin–Rammler-féle szemcsemérete többek között <150, 377 vagy 405 µm lehet.

Ezzel szemben az utánadagolt citrát Rosin–Rammler-féle szemcsemérete az alapporban lévővel összehasonlítva általában nagyobb – így 834 µm – lehet.

Ahol citrátként nátrium-citrátot alkalmazunk, a %-ban megadott értékek dihidrátra vonatkoznak.

Egyéb hordozók

A találmány szerinti készítmények szükség esetén vagy kívánt esetben további hordozókat is tartalmazhatnak. Így polikarboxilátpolimereket, különösen poliakrilátokat és akril/malein kopolimereket alkalmasan 0,5–15 tömeg%, előnyösen 1–10 tömeg% mennyiségben alkalmazhatunk.

Egyéb alkotórészek

A találmány szerinti készítmények a tisztítóhatás növelésére és a feldolgozás megkönnyítésére nátrium-karbonátot tartalmazhatnak. A nátrium-karbonát általában 1–60 tömeg%, előnyösen 2–40 tömeg%, legelőnyösebben 2–13 tömeg% mennyiségben lehet jelen. Azonban alkálifém-karbonáttól mentes készítmények is a találmány oltalmi körébe esnek.

A készítmények a por szerkezetképző anyagként előnyösen zsírsavszappant is tartalmaznak, ennek mennyisége alkalmasan 1–5 tömeg%.

Az alapporban egyéb alkotórészek is jelen lehetnek, ezek többek között fluoreszkáló anyagok, nátrium-szilikát és újralerakódást meggátló anyagok, így nátrium-karboxi-metil-cellulóz. A végeredményhez hozzáadható (utánadagolható) választható alkotórészek általában lehetnek fehérítőszer, így nátrium-perborát vagy -perkarbonát, fehérítőszer-aktivátorok és fehérítőszer-stabi-

lizátorok; nátrium-karbonát; fehérje- és zsírbontó enzimek, színezékek, habzást szabályozó granulátumok; színezett alkotórészek; illatosítóanyagok és textíliát lágyító vegyületek. Ez a felsorolás nem kizárólagos jellegű.

A mosószerkészítmények előállítása

A fentiek szerint a találmány szerinti készítmények sűrűsége ömlesztett állapotban nagy, azokat tornyot nem alkalmazó (porlasztásos szárítástól eltérő) eljárásokkal állítjuk elő, amelyekben szilárd és folyékony alkotórészeket keverünk össze és granulálunk alapporrá, amelyhez ezt követően kívánt esetben egyéb alkotórészeket utánadagolhatunk. Az ilyen porok viszonylag pórusmentes részecskékből állnak, és különösen alkalmasak a használat során a továbbbítással, diszpergálással és oldódással kapcsolatos nehézségek elkerülésére.

A találmány szerinti készítmények előállításához citromsavót – előnyösen nátrium-citrát-dihidrátot – használunk a keverési és granulálási eljárásban a készítmény össz tömegére vonatkoztatva legalább 0,5 tömeg%, előnyösen 1–15 tömeg% mennyiségben. Az alapporba beadagolandó citromsavó Rosin–Rammelféle szemcsemérete 800 µm-nél kisebb, előnyösen legfeljebb 500 µm, még előnyösebben 100–500 µm.

A keverési és granulálási eljárást előnyösen úgy folytatjuk le, hogy diszkrét granulátumok vagy szemcsék vannak jelen az egész eljárás során, azaz pép vagy paszta az eljárás egyetlen fázisában sem képződik. A készítmény így különálló granulátumok alakjában marad a teljes granulálási lépés során, és az eljárásban nem képződik pép, és így nincs szükség azt követően pép felaprítására.

Az eljárás különösen előnyös változatának megfelelően az alapport nagy sebességű keverő/granuláló berendezéssel állítjuk elő, amely mind keverő-, mind pedig vágóhatást kifejt. A nagy sebességű keverő/tömörítő berendezésként is ismert nagy sebességű keverő/granuláló berendezés lehet szakaszosan működő berendezés, mint az FS típusú berendezés (gyártó cég: Fukae) vagy folyamatos üzemben működő berendezés, így a Recycler CB30 típusú berendezés (gyártó cég: Lödige).

Alkalmas eljárásokat ismertet többek között EP 544 492A, EP 420 317A és EP 506 184A.

A szervesetlen hordozókat és egyéb szervesetlen anyagokat (így a zeolitot és a nátrium-karbonátot) általában a felületaktív anyagokkal együtt granuláljuk, amelyek kötőanyagként és granuláló- vagy agglomerálószerként hatnak. A citromsavót az eljárásnak ebben a szakaszában visszük be. Zsírsavszappant előállíthatunk *in situ* a keverési és granulálási eljárás során nátrium-hidroxid-oldattal lefolytatott semlegesítés útján.

A citromsavót bevihetjük por vagy granulátum alakjában. A citromsavót bevihetjük továbbá felületaktív anyaggal, előnyösebben nemionos felületaktív anyaggal alaposan elkeverve. A zsírsavat is bevihetjük felületaktív anyaggal – ez esetben is előnyösen nemionos felületaktív anyaggal – képzett előkeverék alakjában.

A keverési és granulálási eljárást előnyösen legalább 25 °C hőmérsékleten folytatjuk le.

Az előzőekben említett bármilyen választható alkotórészt bevihetünk az eljárás alkalmas szakaszában.

A fentiek értelmében a találmány szerinti előnyös készítmények PAS-t és etoxilezett nemionos felületaktív anyagot tartalmaznak. A PAS jelen lehet már semlegesített alakban, azaz só formájában, amikor a nagy sebességű keverő/granuláló berendezésbe beadagoljuk, vagy egy másik lehetőségként beadagolhatók sav alakjában és *in situ* semlegesíthetők. Kívánt esetben a PAS és a nemionos felületaktív anyag beadagolható homogen folyékony elegy alakjában, amint azt az EP 265 203A és EP 507 402A ismerteti.

EP 420 317A és EP 506 184A egy további eljárást ismertet, ahol a folyékony PAS-savat folyamatosan működő, nagy sebességű keverőben lúgos kémhatású, szilárd szervesetlen anyaggal, így nátrium-karbonáttal reagáltatják. A kapott granulátumot vagy „segédanyagot” ezután egy másik nagy sebességű keverőbe viszik be a nemionos felületaktív anyagokkal és szilárd alkotórészekkel együtt. Valamennyi ilyen eljárás alkalmas a találmány szerinti készítmények előállítására.

A hagyományos mosóporok gyártási gyakorlatának megfelelően fehérítő alkotórészek (fehérítőszer, fehérítőszer-prekurzorok és fehérítőszer-stabilizátorok), fehérje- és zsírbontó enzimek, színezett alkotórészek, illatosítóanyagok és habzást szabályozó granulátumok legalkalmasabban az alapporhoz utánadagolhatók, miután a termék elhagyta a nagy sebességű keverő/granuláló berendezést.

A citrát kiegészítő mennyisége alkalmasan az utánadagolt alkotórészek között lehet. A fentiek értelmében ennek szemcsemérete általában nagyobb, mint az alapporba bevitt citráté.

A por tulajdonságai

A találmány szerinti szemcsés mosószerkészítmények sűrűsége ömlesztett állapotban legalább 650 g/l, előnyösen legalább 770 g/l, még előnyösebben legalább 800 g/l.

A fentiek szerint a por porozitása jellemzően csekély, a pórustérfogat előnyösen legfeljebb 10%, előnyösebben legfeljebb 5%. A közvetlenül porlasztásos szárítással előállított termékek esetén nem figyelhető meg ilyen csekély mértékű porozitás.

A finom por, azaz a 180 µm-nél kisebb méretű részecskék mennyisége előnyösen legfeljebb 10 tömeg%, még előnyösebben legfeljebb 5 tömeg%.

Példák

A találmányt a következőkben nem korlátozó értelmű példákkal szemléltetjük. Egyéb utalás hiányában a részekként vagy %-ban megadott adatok tömegre vonatkoznak.

Az alábbiakban megadjuk a példákban használt egyes kereskedelmi forgalomban beszerezhető alkotórészek jellemzőit.

CocoPAS: kókuszdió eredetű, 12–14 szénatomos, primer alkohol-szulfát, amely elterjedten alkalmazott felületaktív anyag (számos, közöttük az ICI cég gyártmánya).

Nemionos 7EO, 6,5EO és 3EO: 12–15 szénatomos, primer, 1 mol alkoholra számítva rendre 7, 6,5 és 3 mol etilén-oxiddal etoxilezett (oxo)alifás alkoh-

lok, így a Synperonic A7 és A3 kereskedelmi nevű termékek (gyártó cég: ICI).
 SCMC: karboxi-metil-cellulóz-nátrium (gyártó cég többek között: ICI).
 TAED: etilén-diamin-tetraecetsav (gyártó cég többek között: BASF).
 EDTMP: kalcium-etilén-diamin-tetrametilén-foszfonát, Dequest 2047 kereskedelmi nevű termék (gyártó cég: Monsanto).
 MAP típusú zeolit: Doucil A24 kereskedelmi nevű termék (gyártó cég: Crosfield Chemicals).
 PVP: poli(vinil-pirrolidon), beszerezhető Sokalan HP50 kereskedelmi néven (gyártó cég: BASF).

1–4. példák, A és B összehasonlító példák

Ömlesztett állapotban nagy sűrűségű mosóporokat állítottunk elő az I. és II. táblázatban bemutatott formulálásoknak megfelelően.

Az alapporokat folyamatos működésű, nagy sebességű keverő/granuláló berendezést használva készítettük. A feltüntetett egyéb alkotórészeket utánadagoltuk. A 150 µm Rosin–Rammeler-féle szemcseméretű nátrium-citrát-dihidráttal közvetlenül a nagy sebességű keverő/granuláló berendezésbe beadagolva vittük be az alapporba.

A készítmény a nagy sebességű keverő/granuláló berendezésben történő feldolgozás során végig különálló granulátum alakjában volt.

Az utánadagolt nátrium-citrát-dihidráttal Rosin–Rammeler-féle szemcsemérete 834 µm volt.

Az (I. táblázat szerinti) 1–4. példák találmány szerinti készítményekre vonatkoznak. Valamennyi készítmény citrátot tartalmazott az alapporban, az 1. és 2. példa szerinti készítmény utánadagolt citrátot is tartalmazott.

Az A összehasonlító példa citrátmentes ellenőrző készítmény volt, amely bizonyos (egyéb) utánadagolt alkotórészeket tartalmazott.

A B összehasonlító példa nagy mennyiségű utánadagolt citrátot tartalmazott, az alappor azonban citrátmentes volt.

A mosólúgba történő továbbítási, diszpergálási és oldódási jellemzőket három különböző vizsgálattal határoztuk meg.

1. vizsgálat: szitakosaras vizsgálat

A porok továbbítási jellemzőit hasonlítottuk össze olyan modellrendszer alkalmazásával, amely hátrányosabb körülmények (alacsony hőmérséklet, minimális keverés) között szimulálja a por automata mosógépben történő továbbítását, mint ami valóságos mosási körülmények között szokásosan fellép.

Ehhez a vizsgálathoz 600 µm pórusméretű rozsdamentes acél hálóból készített, 4 cm átmérőjű és 7 cm magas hengeres tartályt használtunk, amelynek felső nyílása teflondugóval, alsó nyílása pedig az előzőekben ismertetett hálóval volt lezárva. A felső nyílást lezáró dugóba 30 cm hosszúságú fém pálcát csatlakoztattunk, amely fogantyúként működött. Ezt a fogantyút nyitott tartályban lévő, 1 l térfogatú, 20 °C hőmérsékletű víz fölött elhelyezett keverőkarhoz rögzítettük. Ezen keve-

rőberendezés segítségével a 45°-os dőlésszögben elhelyezett hengeres tartályt 2 s időtartam alatt 10 cm sugarú körben forgattuk, ezután 2 s nyugalmi periódus következett, mielőtt a következő forgás/nyugalmi periódus ciklust elindítottuk.

A hengeres tartályba 50 g pormintát vittünk be, majd lezártuk. A tartályt a keverőkarhoz csatlakoztattuk, amelyet olyan helyzetbe sülyesztettünk le, hogy a hengeres tartály teteje éppen a vízfelszín alatt legyen. 10 s késleltetési idő után a berendezést 15 cikluson keresztül működtettük.

A hengeres tartályt és a fogantyút eltávolítottuk a vízből, majd a tartályt levettük a fogantyúról. A felületen lévő vizet óvatosan eltávolítottuk, majd a por maradványait előzetesen meghatározott tömegű tartályba vittük át, és 24 órán át 100 °C hőmérsékleten szárítottuk. Ezután a száraz maradvány tömegét a por kezdeti (50 g) tömegének %-ában számítottuk ki.

2. vizsgálat: továbbítóberendezés vizsgálat

A porok továbbítási jellemzőit is összehasonlítottuk olyan modellrendszerrel használva, amely a por továbbítását automata mosógépben az Egyesült Királyságban a Lever's Persil kereskedelmi nevű porral együtt szállított rugalmas továbbítóberendezésből való továbbítást szimulálja. A rugalmas műanyagból készített gömb alakú tartály átmérője 4 cm, felül 3 cm átmérőjű nyitással van ellátva.

Ebben a vizsgálatban a továbbítóberendezést álló helyzetben (a nyílással legfelül) a víz fölött elhelyezett keverőkarhoz csatlakoztattuk. Ily módon a berendezést függőleges irányban 30 cm távolságban tudtuk mozgatni, amelynek legalsó 5 cm-e a vízszint alatt volt. A felfelé és lefelé irányuló mozgás időtartama 2 másodperc volt, a berendezés a legalsó helyzetben 4 másodpercig volt a vízszint alatt 5 cm-re, a legmagasabb helyzetben pedig 100°-os forgatást végeztünk, ezt követően a berendezés 2 másodpercet töltött a lesüllyesztés előtt döntött helyzetben. A vizsgálathoz 5 l 20 °C hőmérsékletű vizet használtunk.

A berendezésbe – annak legmagasabb helyzetében – előzetesen meghatározott tömegű pormintát vittünk be, és a berendezést 6 cikluson keresztül működtettük, majd amikor a berendezés ismét a legmagasabb helyzetbe került, megállítottuk. A felülethez tapadó vizet gondosan leöntöttük, majd a por maradékát előzőleg meghatározott tömegű tartályba vittük át. A tartályt ezután 100 °C hőmérsékleten 24 órán keresztül szárítottuk, és a száraz maradék tömegét a kiindulási por tömegének %-ában határoztuk meg.

3. vizsgálat: fekete párnahuzat vizsgálata

Mosógéppel lefolytatott vizsgálatot használtunk a mosott termékeken lerakódott oldhatatlan maradék mennyiségének meghatározására is. Ehhez a vizsgálathoz Siwamat Plus 3700 kereskedelmi nevű előöltőtő automata mosógépet (gyártó cég: Siemens) használtunk.

100 g mennyiségű port helyeztünk az előzőekben ismertetett rugalmas továbbítóberendezésbe. A továbbítóberendezést fekete gyapotból készült, 30 cm × 60 cm méretű párnahuzatban helyeztük el, ügyelve arra, hogy

a nyílás felfelé mutasson, majd a párnahuzatot húzózárral bezártuk. A (felfelé mutató helyzetben lévő) továbbítóberendezést tartalmazó párnahuzatot a mosógép dobjában lévő 3,5 kg száraz gyapot mosási töltet tetejére helyeztük.

A mosógépet nagy terhelésű ciklusban működtettük 40 °C mosási hőmérsékleten, ehhez 20 °C hőmérsékleten betáplált 15 °f keménységű vizet használtunk. A mosási ciklus végén a párnahuzatot eltávolítottuk, felnyitottuk és kifordítottuk, majd a belső felületén lévő pormaradványok mennyiségét vizuálisan határoztuk

meg 1-től 5-ig terjedő skála használatával. (Az 5 fokozat a por mintegy 75 tömeg%-át kitevő maradványnak felel meg, míg az 1 fokozat esetén nincs maradvány.) Az egyes párnahuzatokat 5 megfigyelő személy értékelt ki és sorolta be a megfelelő fokozatokhoz. Mind-egyik típusú porral 10 párhuzamos mosási vizsgálatot végeztünk, és a 10 eredményt átlagoltuk.

5

10

A III. táblázat a por tulajdonságait és továbbítási jellemzőit mutatja be. Az alapporban lévő citrát kedvező hatása a por továbbítására és oldódására egyértelműen kitűnik.

I. táblázat

A találmány szerinti formulálások

Alapanyag	Példa			
	1.	2.	3.	4.
CocoPAS	14,68	14,70	18,82	18,82
Nemionos 7EO	3,22	3,22	4,12	4,12
Nemionos 3EO	4,07	4,08	5,22	5,22
MAP típusú zeolit	16,92	19,85	20,88	25,42
Nátrium-karbonát	2,57	2,57	3,30	3,30
Nátrium-citrát	7,98	4,02	10,24	5,15
SCMC	0,54	0,54	0,69	0,69
Nedvesség	4,23	4,61	5,43	5,91
Összesen	53,58	53,58	68,70	68,70
<i>Utánadagolt alkotórészek</i>				
Nátrium-citrát ($\cdot 2H_2O$)	15,12	15,12	–	–
Nátrium-perkarbonát	16,85	16,85	16,85	16,85
TAED-granulátum	3,75	3,75	3,75	3,75
Katalizátorgranulátum	1,27	1,27	1,27	1,27
Nátrium-szilikát	3,67	3,67	3,67	3,67
Habzágátló/fluoreszkáló adalék	3,00	3,00	3,00	3,00
EDTMP (Dequest 2047)	0,37	0,37	0,37	0,37
Enzimek	1,75	1,75	1,75	1,75
Illatosítóadalék	0,65	0,65	0,65	0,65
Összesen	100,00	100,00	100,00	100,00

II. táblázat

Összehasonlító formulálások

Alapanyag	Összehasonlító példa	
	A	B
CocoPAS	6,79	6,92
Nemionos 7EO	6,69	6,82
Nemionos 3EO	8,49	8,65
MAP típusú zeolit	36,47	37,16
Nátrium-karbonát	1,19	1,21
Zsírsvaszappan	2,25	2,30
Nátrium-citrát	–	–
SCMC	0,68	0,69

II. táblázat (folytatás)

Alapanyag	Összehasonlító példa	
	A	B
Nedvesség	6,13	6,25
Összesen (tömegrész)	68,69	70,00
<i>Utánadagolt alkotórészek</i>		
Nátrium-citrát ($\cdot 2H_2O$)	–	23,62
Nátrium-perkarbonát	16,85	–
TAED-granulátum	3,75	–
Katalizátorgranulátum	1,27	–
Nátrium-szilikát	3,67	–
Habzágátló/fluoreszkáló adalék	3,00	3,00
EDTMP (Dequest 2047)	0,37	1,43
Enzimek	1,75	1,63
Illatosítóadalék	0,65	0,45
Összesen (tömegrész)	100,00	100,13

III. táblázat
Tulajdonságok

	Példa					
	A	B	1.	2.	3.	4.
<i>A por tulajdonságai</i>						
Összetett anyag sűrűsége (g/l)	890	900	870	880	890	880
Átlagos szemcseméret (μm)	570	580	565	590	590	575
Finom por (tömeg%)	5,5	3,0	2,3	4,5	4,0	3,8
<i>Továbbítási tulajdonságok</i>						
1. vizsgálat (maradék; tömeg%)	58	65	33	37	18	23
2. vizsgálat (maradék; tömeg%)	11	12	0	0	0	0
3. vizsgálat (pontszám 1-től 5-ig)	1,0	1,8	0,3	0,2	0,4	0,5

5. és 6. példa

Ezek a példák találmány szerinti szemcsés mosószerket ismertetnek, amelyekhez citrát és nemionos felületaktív anyag alaposan elkevert elegyét használtuk.

A detergensalapot a következő formulálásnak megfelelően állítottuk elő, majd a két teljes formulálást, az 5. és 6. példa szerinti készítmény előállításához utánadagolással vittünk be további alkotórészeket.

Alkotórész	Alapanyag	5. példa	6. példa
CocoPAS	9,2	5,95	6,44
Nemionos 6,5EO	9,1	5,89	6,37
Nemionos 3EO	11,2	7,24	7,84
MAP típusú zeolit	56,3	36,41	39,41
Nátrium-karbonát	1,8	1,16	1,26
Szappan	3,3	2,13	2,31
Nátrium-citrát	7,4	4,79	5,18

Alkotórész	Alapanyag	5. példa	6. példa
Nedvesség, sók	1,7	1,10	1,19
Alapanyag összesen	100,00	64,68	70,00
<i>Utánadagolt alkotórészek</i>			
Bevonatos perkarbonát		20,50	–
TAED-granulátum (83%-os)		4,75	
Mn-katalizátor-granulátum		2,40	–
EDTMP (Dequest 2047)		0,37	1,43
Nátrium-diszilikát (80%-os)		2,10	–
Nátrium-citrát ($\cdot 2H_2O$)		–	23,47
Habzágátló/fluoreszkáló adalék		3,00	–
Habzágátló/PVP		–	3,15
Enzimek		1,75	1,50
Illatosítóadalék		0,45	0,45

Az alapanyagba bevitt nátrium-citrát finom eloszlású volt, amelynek Rosin–Rammler-féle szemcsemérete 377 μm ($n=2,53$) volt. A citrátot előzetesen 6,5EO nemionos felületaktív anyaggal kevertük össze (45 tömeg% citrát és 55 tömeg% nemionos felületaktív anyag arányban) diszperzió előállítás céljából, amit folytonos keverés mellett 50 °C hőmérsékleten tartottunk.

Az alapport folyamatos üzemű eljárással állítottuk elő, ehhez nagy sebességű keverő/granuláló berendezésként CB30 Recycler készüléket (gyártó cég: Lödige) használtunk. A berendezésbe a következő alkotórészeket tápláltuk be:

- MAP típusú zeolit,
- PAS/MAP típusú zeolit/nátrium-karbonát segédanyag,
- (45 tömeg%) nátrium-citrát és (55 tömeg%) 6,5EO nemionos felületaktív anyag előkeveréke,
- (20,19 tömeg%) zsírsav és (79,81 tömeg%) 3EO felületaktív anyag előkeveréke és
- nátrium-hidroxid-oldat.

Keverés és granulálás után a kapott terméket KM300 Ploughshare típusú, közepes sebességű keverő/granuláló berendezésbe (gyártó cég: Lödige) tápláltuk be, majd örvényágyas berendezésben szárítottuk, és szitálás útján eltávolítottuk az 1500 μm -nél nagyobb, valamint a 250 μm -nél kisebb szemcséket.

Az alapanyag Rosin–Rammler-féle szemcsemérete 653 μm ($n=2,96$) volt.

Az előző táblázatban feltüntetett alkotórészeket utánadagolva fehérítőhatású formulálást (5. példa) és nem fehérítő hatású formulálást (6. példa) állítottunk elő. A készítmények tulajdonságait a következő táblázat tünteti fel.

	5. példa	6. példa
A por tulajdonságai		
Összetett anyag sűrűsége (g/l)	855	903
Átlagos szemcseméret (μm)	666	594
Dinamikus folyási sebesség (ml/s)	162	154
Finom por (tömeg%)	3,3	3,1
Továbbítási tulajdonságok		
1. vizsgálat (maradék; tömeg%)	23,7	30,8
2. vizsgálat (maradék; tömeg%)	0	0

7. és 8. példa, C és D összehasonlító példa

Ebben a kísérletben a találmánynak megfelelő két, az alapanyagban finom eloszlású nátrium-citrátot tartalmazó szemcsés mosószert (7. és 8. példa) hasonlítottunk össze az alapanyagban ugyanolyan mennyiségű nagyobb szemcseméretű citrátot tartalmazó, nem találmány szerinti mosószerral (C összehasonlító példa) és citrátot nem tartalmazó összehasonlító anyaggal (D összehasonlító példa). A 7. és 8. példában, valamint a C összehasonlító példában a nátrium-citrát mennyisége az alappor 6 tömeg%-a vagy a végső termék 3,73 tömeg%-a volt.

A következő formulálásoknak megfelelő detergens-alapporokat állítottuk elő, majd a teljes formulálású termékek előállítására a feltüntetett további alkotórészeket utánadagoltuk. A nátrium-citrát megadott szemcsemérete Rosin–Rammler-féle átmérőt jelent.

Alapanyag	Példa			
	7.	8.	C	D
CocoPAS	5,4	5,40	5,40	5,54
Nemionos 7EO	7,80	7,80	7,80	7,53
Nemionos 3EO	5,20	5,20	5,20	5,01
MAP típusú zeolit	35,56	35,56	35,56	38,35
Nátrium-karbonát	1,08	1,08	1,08	1,10
Szappan	1,92	1,92	1,92	1,95
Nátrium-citrát, <150 μm	3,73	–	–	–
Nátrium-citrát, 450 μm	–	3,73	–	–
Nátrium-citrát, 824 μm	–	–	3,73	–
Nedvesség, sók a megadott mennyiségig szükséges mértékben	62,11	62,11	62,11	62,11
Utánadagolt alkotórészek				
Habzásgátló/fluoreszkáló adalék	3,50	3,50	3,50	3,50
Nátrium-karbonát	2,03	2,03	2,03	2,03
Nátrium-perkarbonát	20,50	20,50	20,50	20,50

Táblázat (folytatás)

Alapanyag	Példa			
	7.	8.	C	D
TAED-granulátum	9,25	9,25	9,25	9,25
Enzimek	1,42	1,42	1,42	1,42
Másodlagos alkotórészek a megadott mennyiségig szükséges mértékben	100,00	100,00	100,00	100,00

Az alapport folyamatos üzemű eljárással állítottuk elő, ehhez nagy sebességű keverő/granuláló berendezésként CB30 Recycler készüléket (gyártó cég: Lödige) használtunk. A berendezésbe a következő alkotórészeket tápláltuk be:

- MAP típusú zeolit,
- PAS/MAP típusú zeolit/nátrium-karbonát segédanyag,
- zsírsav és nemionos felületaktív anyag előkeveréke,
- nátrium-hidroxid-oldat,
- megfelelő szemcseméretű nátrium-citrát-dihidrát-por (a D összehasonlító példa kivételével) és
- nemionos felületaktív anyagok.

15 Keverés és granulálás után az alapport KM300 Ploughshare típusú, közepes sebességű keverő/granuláló berendezésbe (gyártó cég: Lödige) tápláltuk be, majd örvényágyas berendezésben hűtöttük, és szítálás útján eltávolítottuk az 1500 µm-nél nagyobb, valamint a 250 µm-nél kisebb szemcséket. A teljes formulálású termékek előállítására az előző táblázat szerinti alkotórészeket utánadagoltuk.

Az alappor tulajdonságait az alábbi táblázat mutatja.

25

	7.	8.	C	D
<i>A por tulajdonságai</i>				
Összetett anyag sűrűsége (g/l)	830	848	853	880
Átlagos szemcseméret (µm)	871	637	854	600
Dinamikus folyási sebesség (ml/s)	161	150	160	150
Finom por (tömeg%)	0,7	7,6	1,5	5,0

Továbbítási tulajdonságok

Az előző példában használttól eltérő mosógépes vizsgálatot használtunk annak megállapítására, milyen mennyiségű maradék rakódik le a mosott textíliára. Ennek során a következő mosási körülményeket alkalmaztuk:

mosógép: Siemens gyártmányú Siwamat 3808 típusú előltöltős automata mosógép,
hőmérséklet: 40 °C hőmérsékletű mosási ciklus gyapjúhoz, 20 °C hőmérsékletű betáplált vízzel,
víz: 15° (francia) keménységű csapvíz,
terhelés: 1 kg textília.

A vizsgálatot a következő módon folytattuk le. Reakcióképes fekete (135 g/m² fajlagos tömegű) gyapotszövetből lévő, szatén záróelemmel ellátott, 10×10 cm méretű tasakokba 10 g dózisú port helyeztünk, majd a tasakokat tűzőgéppel lezártuk. Az egyes mosási kísérletekhez tíz ilyen tasakot rögzítettünk a részben a mosógép terhelését képező fürdőlepedőhöz. A mosási ciklus végén a tasakokat kivettük, felnyitottuk és legalább 15 percen át egy száraz fürdőlepedőn szárítottuk. A tasakok belső felületén visszamaradó por

mennyiségét három személy pontozta szabványosított ellenőrző mintákkal történő vizuális összehasonlítás útján a következő pontozási skálának megfelelően:

- 40 nincs maradvány 0
nagyon csekély mennyiségű maradék
(elszigetelt foltok) 0,5
csekély mennyiségű maradék (kis csomók) 1,0
45 kevés maradék (nagyobb csomók) 1,5
közepes mennyiségű maradék 2,0
jelentős mennyiségű maradék 2,5
nagy mennyiségű maradék 3,0
nagyon nagy mennyiségű maradék >3,0

50 Az elfogadhatóság felső határának az 1,5 pontszámot tekintettük.

Mindegyik pormintához hat tasakot használtunk, amelyeket három külön kísérletben mostunk. A hat párhuzamos kísérlet pontszámait átlagoltuk. A következő eredményeket kaptuk.

55

Példa	7.	8.	C	D
A maradék pontszáma	0,6	0,5	1,0	1,5

60

Ezek az eredmények szemléltetik a citrát szemcsemérete által az oldódási jellemzőkre gyakorolt kritikus hatást.

9. és 10. példa

A 8. példával együtt ezek az eredmények azt mutatják, hogy kisebb mennyiségű citrát is jó eredményekhez vezethet. Alapporokat állítottunk elő a 8. példában megadott általános formulálásnak megfelelően, azonban különböző mennyiségű 415 µm Rosin–Rammler-féle szemcseméretű citráttal (a többi alkotórész aránya azonos maradt). A teljes formulálású porokkal az előzőekben ismertetett mosógépes vizsgálatot folytattuk le, ennek során a következő eredményeket kaptuk.

	Példa		
	8.	9.	10.
415 µm-es nátrium-citrát (az alapporra vonatkoztatott tömeg%-ban) (a termékre vonatkoztatott tömeg%-ban)	6 3,73	4 2,48	2 1,24
a maradék pontszáma	0,5	0,5	0,5

Ezek az eredmények azt szemléltetik, hogy az alapanyagban lévő kisebb mennyiségű kis szemcseméretű citrát is kitűnő oldódási viselkedést eredményez.

SZABADALMI IGÉNYPONTOK

1. Szemcsés mosószer, amely porlasztásos szárítástól eltérő eljárás közvetlen, ömlesztett állapotban legalább 650 g/l sűrűségű terméke, amely lényegileg homogén szemcsés alapanyagból és adott esetben utánadagolt alkotórészekből áll, és

- 15–50 tömeg% szerves felületaktív rendszert,
 - 20–70 tömeg% vízmentes anyagként számított alkálifém-alumínium-szilikát-hordozót,
 - 0,5–40 tömeg% vízzoldható citromsavót
 - és adott esetben 100 tömeg%-ra kiegészítő mennyiségben egyéb mosószer-alkotórészt
- tartalmaz, *azzal jellemezve*, hogy a készítményre számítva legalább 0,5 tömeg% citromsavó a lényegileg homogén szemcsés alapanyagban van, és a lényegileg homogén szemcsés alapanyagban lévő citromsavó teljes mennyiségének Rosin–Rammler-féle szemcsemérete 800 µm-nél kisebb.

2. Az 1. igénypont szerinti mosószer, *azzal jellemezve*, hogy 5–40 tömeg% citromsavót tartalmaz, és a lényegileg homogén szemcsés alapanyag a készítmény össztömegére vonatkoztatva legalább 3 tömeg% citromsavót tartalmaz, ahol e citromsavó teljes mennyiségének Rosin–Rammler-féle szemcsemérete 800 µm-nél kisebb.

3. Az 1. vagy 2. igénypont szerinti mosószer, *azzal jellemezve*, hogy citromsavóként nátrium-citrát-dihidrátot tartalmaz.

4. Az 1–3. igénypontok bármelyike szerinti mosószer, *azzal jellemezve*, hogy a szemcsés alapanyagban lévő citromsavó teljes mennyiségének Rosin–Rammler-féle szemcsemérete 100 és 500 µm között van.

5. Az 1., 3. és 4. igénypontok bármelyike szerinti mosószer, *azzal jellemezve*, hogy a szemcsés alapanyag a készítményre vonatkoztatva 1–15 tömeg% citromsavót tartalmaz.

6. Az 1–5. igénypontok bármelyike szerinti mosószer, *azzal jellemezve*, hogy b) alkálifém-alumínium-szilikátként legfeljebb 1,33 szilícium:alumínium atomarányú P típusú zeolitot, MAP típusú zeolitot tartalmaz.

7. Az 1–6. igénypontok bármelyike szerinti mosószer, *azzal jellemezve*, hogy az a) szerves felületaktív rendszer a készítményre vonatkoztatva legalább 5 tömeg% etoxilezett nemionos felületaktív anyagot tartalmaz.

8. Az 1–7. igénypontok bármelyike szerinti mosószer, *azzal jellemezve*, hogy a szerves felületaktív rendszer a készítményre vonatkoztatva legalább 5 tömeg% primer alkohol-szulfátot tartalmaz.

9. Az 1–7. igénypontok bármelyike szerinti mosószer, *azzal jellemezve*, hogy az a) szerves felületaktív rendszer

i) 8–18 szénatomos, 2,5–8,0 átlagos etoxilezési fokú alkoholból álló etoxilezett nemionos felületaktív anyagot,

ii) és adott esetben primer alkohol-szulfátot tartalmaz.

10. Az 1–9. igénypontok bármelyike szerinti mosószer, *azzal jellemezve*, hogy ömlesztett állapotban sűrűsége legalább 770 g/l.

11. Eljárás szemcsés mosószer előállítására, amelynek sűrűsége ömlesztett állapotban legalább 650 g/l, amelynek során felületaktív anyagokat, alkálifém-alumínium-szilikát-hordozót, vízzoldható citromsavót és adott esetben egyéb mosószer-alkotórészeket keverünk össze és granulálunk, és adott esetben további mosószer-alkotórészeket utánadagolunk, amelynek során

- 15–50 tömeg% szerves felületaktív rendszert,
- 20–70 tömeg% vízmentes anyagként számított alkálifém-alumínium-szilikát-hordozót,
- 0,5–40 tömeg% vízzoldható citromsavót
- és adott esetben 100 tömeg%-ra kiegészítő mennyiségben egyéb mosószer-alkotórészt

tartalmazó végső összetételű mosószer kapunk, *azzal jellemezve*, hogy a lényegileg homogén szemcsés alapanyagba a készítményre számítva legalább 0,5 tömeg% citromsavót viszünk be, ahol a lényegileg homogén szemcsés alapanyagban lévő citromsavó teljes mennyiségének Rosin–Rammler-féle szemcsemérete 800 µm-nél kisebb.

12. A 11. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy a lényegileg homogén szemcsés alapanyagba teljes mennyiségében 100–500 µm Rosin–Rammler-féle szemcseméretű citromsavót viszünk be.

13. A 11. vagy 12. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy a teljes keverési és granulálási eljárást különálló szemcsék jelenlétében folytatjuk le.

14. A 11–13. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy a keverési és granulálási eljárást legalább 25 °C hőmérsékleten lefolytatva lényegileg homogén szemcsés alapanyagot állítunk elő.

15. A 11–14. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy a citromsavsó az etoxilezett nemionos felületaktív anyaggal intenzíven elkeverve visszük be a szemcsés alapanyagba.

16. A 11–15. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy a keverési és granulálási eljárást egyidejűleg keverő- és vágóhatású, nagy sebességű keverő/granuláló berendezésben lefolytatva lényegileg homogén szemcsés alapanyagot állítunk elő.

17. 800 µm-nél kisebb Rosin–Rammler-féle szemcseméretű citromsavsó alkalmazása szemcsés mosószer oldódási tulajdonságainak javítására, ahol a szem-

csés mosószer porlasztásos szárítástól eltérő eljárás közvetlen, ömlesztett állapotban legalább 650 g/l sűrűségű terméke, amely lényegileg homogén szemcsés alapanyagból és adott esetben utánadagolt alkotórészekből áll, és

- a) 15–50 tömeg% szerves felületaktív rendszert,
- b) 20–70 tömeg% vízmentes anyagként számított alkálifém-alumínium-szilikát-hordozót,
- c) 0,5–40 tömeg% vízzoldható citromsavsó
- d) és adott esetben 100 tömeg%-ra kiegészítő mennyiségben egyéb mosószer-alkotórészt

tartalmaz, és a készítményre számítva legalább 0,5 tömeg% citromsavsó a lényegileg homogén szemcsés alapanyagban van, és a lényegileg homogén szemcsés alapanyagban lévő citromsavsó teljes mennyiségének Rosin–Rammler-féle szemcsemérete 800 µm-nél kisebb.