(19)

SUOMI - FINLAND
(FI)

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

(10) **FI 933858 A7**

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

(21) Patenttihakemus - Patentansökan - Patent application 933858

(51) Kansainvälinen patenttiluokitus - Internationell patentklassifikation - International patent classification
C11D 9/02
C11D 10/06

(22) Tekemispäivä - Ingivningsdag - Filing date **30.01.1992**

(23) Saapumispäivä - Ankomstdag - Reception date **03.09.1993**

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig - Available to the public **30.09.1993**

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

(86) Kansainvälinen hakemus - Internationell ansökan - International application **30.01.1992 PCT/US1992/000690**

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

05.03.1991 US 665621 23.09.1991 US 763792

(71) Hakija - Sökande - Applicant

1 • **The Procter & Gamble Company,** One Procter & Gamble Plaza, Cincinnati, OH 45202, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)

(72) Keksijä - Uppfinnare - Inventor

1 • **MacGilp, Neil Archibald,** USA, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)
2 • **Baier, Kathleen Grieshop,** USA, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)
3 • **Girardot, Richard Michael,** USA, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)
4 • **Torres, Efrain,** USA, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)

(74) Asiamies - Ombud - Agent

Kolster Oy Ab, Salmisaarenaukio 1, 00180 Helsinki

(54) Keksinnön nimitys - Uppfinningens benämning - Title of the invention
Nestemäinen puhdistussaippua henkilökohtaista hygieniaa varten
Flytande rengöringstvål för personlig hygien

Nestesaippuan muodossa oleva kehonpuhdistusaine

Tekniikan ala

Käsiteltävänä oleva keksintö koskee nestesaippuatuotteita, erityisesti pumpattavia kasvojen puhdistusaineita ja kylpy/suihkukoostumuksia, joiden formuloinnissa on otettu huomioon mietous, viskositeetin säätö ja faasien stabiilisuus.

Tekniikan taso

Nestemäiset kehonpuhdistuskoostumukset ovat tunnettuja. Tällaisia koostumuksia selittäviä patentteja ovat US-patenttijulkaisut 3 697 644, Laiderman, julkaistu 10. lokakuuta 1972; 3 932 610, Rudy ja muut, julkaistu 13. tammikuuta 1976; 4 031 306, DeMartino ja muut, julkaistu 21. kesäkuuta 1977; 4 061 602, Oberstar ja muut, julkaistu 6. joulukuuta 1977; 4 387 040, Straw, julkaistu 7. kesäkuuta 1983 ja 4 917 823, Maile Jr., julkaistu 17. huhtikuuta 1990; 4 338 211, Stiros, jukaistu 6. kesäkuuta 1982; 4 190 549, Imamura ja muut, julkaistu 26. helmikuuta 1980; 4 861 507, Gervasio, julkaistu 29. elokuuta 1989 ja GB-hakemusjulkaisu 1 235 292, julkaistu 9. kesäkuuta 1971 sekä Soap Manufacturer, Davidson ja muut, vol 1, s. 305 1953.

US-patenttijulkaisussa 4 673 525, Small ja muut, julkaistu 16. kesäkuuta 1987, joka on liitetty tähän patenttihakemukseen viitteenä, selitetään mietoja, pinta-aktiiviseen alkyyliglyseryylieetterisulfonaattiin (AGS) pohjautuvia kehonpuhdistussysteemejä, lähinnä synteettisiä tankosaippuoita (synbars).

Useimmat nestesaippuat käsittävät enimmäkseen "liukenevia", "tyydyttymättömiä", lyhyehköjä ketjuja, esim. lauriini/öljyhapposaippuat, faasien stabiilisuuden ylläpitämiseksi. Tämä huonontaa kuitenkin vaahdon laatua tai mietoutta.

Yllä mainitussa GB-hakemusjulkaisussa 1 235 292 selitetään K/Na-saippuasta, vähintään 5 prosentista K-saippuaa ja 0,1 - 5 prosentista alkyyliselluloosaa muodostuva seos. Julkaisun '292 saippuat ovat luonnonsaippuoita. Luonnonrasvahapoissa on hieman tyydyttymättömyyttä ja niiden jodiluku on tästä syystä suurempi ja titteri pienempi. Julkaisussa '292 esimerkkeinä mainitut nestesaippuat sisältävät noin 1 - noin 21,5 % saippuaa ja 1 %:iin saakka vapaata rasvahappoa.

Yllä mainitussa US-patenttijulkaisussa 4 387 040 selitetään stabiili, nestemäinen K-saippua, joka sisältää kookos-DEA:sta ja natriumsulfaatista muodostuvaa viskositeetin säätöainetta. Käytetään tyydyttyneitä C_{12}-C_{14}-rasvahapposaippuoita. Julkaisun '040 saippuan viskositeetti on 1 000 - 1 500 cP 25 °C:ssa, RVT/kara 3/10 kierr/min. Vapaata rasvahappoa ei mainita. Osa julkaisun '040 formulaateista sisältää elektrolyyttiä ja polymeerisakeutinta, mutta nämä formulaatit selitetään epästabiileiksi. On myös huomattava, että lauriinihapposaippua on suhteellisen voimakas saippua ja käytettynä suurina pitoisuuksina (kuten julkaisussa '040) se vähentää tuotteen mietoutta.

Newtonisia nesteitä, jotka ovat liian viskooseja, on hankalampi pumpata kuin leikkaamalla ohennettuja nesteitä. Nykyään markkinoitavat nestemäiset "saippua"tuotteet ovat yleensä newtonisia tai vain vähäisessä tai kohtalaisessa määrin leikkaamalla ohennettavia nesteitä.

Joskin nestepuhdistuskoostumusten valmistuksessa on tunnettua käyttää luontoperäistä kalium(K)saippuaa, ei ole opetettu tai ehdotettu ratkaisuja määrättyihin ongelmiin, jotka liittyvät ylirasvoitettuihin, tyydyttyneisiin, pienen jodiluvun (IV) omaaviin korkeampi-rasvahappo(FFA)saippuoihin.

Erityisesti faasien stabiilisuus, hyvälaatuinen vaahto ja viskositeetin säätö ja stabiilisuus ovat siten

tässä yhteydessä ongelmia, joita ei ole tähän saakka ratkaistu tai ratkaistu vain osittain.

Joskaan näihin aikaisemmin selitettyihin nestesaippuakoostumuksiin ei liity yhtä tai useampia yllä kuvatuista puutteista tai liittyy vähäisessä määrin, on havaittu, että fysikaalisen stabiilisuuden parannus ja reologisten ominaisuuksien vaihtelujen estyminen ajan tai lämpötilan vaihdellessa ovat toivottuja tuotteen varastointiajan pidentämiseksi ja siten kuluttajamyöntyvyyden parantamiseksi.

Käsiteltävänä olevan keksinnön eräänä tehtävänä on siten nestemäisen, puhdistavan kylpy/suihkusaippuakoostumuksen tarjoaminen, jossa faasit ovat stabiileja, joka on varastoinninkestävä, vaahtoaa hyvin ja on kosmeettisesti myönteinen.

Käsiteltävänä olevan keksinnön lisätehtävänä on suhteellisen miedon nestesaippuapuhdistuskoostumuksen tarjoaminen.

Käsiteltävänä olevan keksinnön tehtävänä on edelleen viskoosin, leikkausvoimalla voimakkaasti ohennettavan nestesaippuapuhdistuskoostumuksen tarjoaminen, joka on pumpattavissa käsipainepumpulla varustetusta vakiosäiliöstä.

Nämä ja käsiteltävänä olevan keksinnön muut kohteet ovat ilmeisiä seuraavan yksityiskohtaisen selityksen perusteella.

Keksinnön yhteenveto

Käsiteltävänä oleva keksintö koskee stabiilia, dispersoidista nestesaippuapuhdistuskoostumusta, joka käsittää

(A) noin 5 - noin 20 paino-% kaliumrasvahapposaippuaa;

(B) noin 2,5 - noin 18 % vapaata C_8-C_{22}-rasvahappoa;

(C) noin 55 - noin 90 % vettä ja

(D) noin 0,1 - noin 4 % stabilointiainetta valittuna ryhmästä noin 0,1 - noin 3,0 % elektrolyyttiä ja 0 - noin 2,0 % polymeerisakeutinta ja niiden seokset, ja jossa mainittujen ryhmien (A) ja (B) mainitun rasvahapon jodiluku on välillä nolla ja noin 15 ja titteri on välillä noin 44 ja noin 70, jossa mainitun saippuan ja mainitun vapaan rasvahapon painosuhde on välillä noin 1 : 0,3 ja noin 1 : 1 ja jossa mainitun nesteen alkuviskosisiteetti on välillä noin 4 000 cP ja noin 100 000 cP 25 °C:ssa ja kiertoviskositeetti välillä noin 10 000 cP ja noin 100 000 cP 25 °C:ssa.

Tämä koostumus valmistetaan edullisesti

1. kuumentamalla ja sekoittamalla kaliumrasvahapposaippuan ja vapaan rasvahapon vesiseos stabiiliksi sulaksi;
2. jäähdyttämällä sula noin huoneenlämpötilaan ja
3. laimentamalla mainittu jäähdytetty sula vedellä, jolloin saadaan mainittu dispersoidinen neste.

Keksinnön yksityiskohtainen selitys

Käsiteltävänä oleva keksintö koskee stabiilia, dispersoidista nestesaippuapuhdistuskoostumusta, joka käsittää 55 - 90 %, edullisesti 60 - 80 % vettä, 5 - 20 %, edullisesti 6 - 14 % suurimmaksi osaksi liukenematonta, tyydyttynyttä (pieni jodiluku) korkeampien rasvahappojen kaliumsaippuaa, 2,5 - 18 %, edullisesti 3 - 9 % vapaita rasvahappoja.

Nestesaippua sisältää edullisesti noin 0,2 - noin 5 %, edullisesti noin 0,3 - noin 3 % stabiloivaa aineosaa valittuna ryhmästä polymeerisakeutin, elektrolyytti tai ionoitumaton aine ja näiden seokset; edullisesti 0,1 - 2 % sakeutinta, 0,1 - 3 % elektrolyyttiä ja 0,1 - 2 % ionoitumatonta ainetta ja näiden seokset. Yksi tai useampi näistä aineosista parantaa nestesaippuan stabiilisuutta. Nestesaippua sisältää edullisesti noin 0,1 - noin 2 % sakeutinta. Nestesaippua sisältää edullisesti noin 0,1 - noin 3 % elektrolyyttiä, edullisesti noin 0,3 - noin 1,5 %. Neste-

saippua sisältää edullisesti noin 0,1 - noin 2 % ionoitumatonta ainetta.

Saippuan ja vapaiden rasvahappojen suhde on yli noin 1 : 0,3 - noin 1 : 1 ja edullisesti noin 1 : 0,3 - noin 1 : 0,8. Edullinen rasvahappokomponentti on seuraavien tyydyttyneiden rasvahappojen seos kokonaisrasvahappokomponentista laskettuna:

C_{12} pitoisuutena noin 7 % ± 5 %, edullisesti 7 % ± 2 %;

C_{14} pitoisuutena noin 22 % ± 15 %, edullisesti 22 % ± 5 %;

C_{16} pitoisuutena noin 32 % ± 10 %, edullisesti 32 % ± 5 %, edullisemmin 32 % ± 3 % ja

C_{18} pitoisuutena noin 39 % ± 10 %, edullisesti 39 % ± 5 %, edullisemmin 39 % ± 3 %.

Käsiteltävänä olevan keksinnön rasvahappokomponentin jodiluku on välillä nolla ja noin 15, edullisesti alle 10, edullisemmin alle 3, ja titteri noin 44 - noin 70, edullisesti noin 50 - 68, edullisemmin noin 62 - noin 65.

Käsiteltävänä olevan keksinnön nestesaippua voidaan valmistaa siten, että se ei sisällä stabiloivaa aineosaa. Nestesaippua sisältää kuitenkin edullisesti noin 0,2 - noin 5 %, edullisesti noin 0,3 - noin 3 % stabiloivaa aineosaa valittuna ryhmästä polymeerisakeutin, elektrolyytti tai ionoitumaton aine ja näiden seokset; edullisesti 0,1 - 2 % sakeutinta, 0,1 - 3 % elektrolyyttiä ja 0,1 - 2 % ionoitumatonta ainetta ja näiden seokset. Yksi tai useampi näistä aineosista parantaa nestesaippuan stabiilisuutta.

Nestesaippuan viskositeetti on 4 000 - 100 000 cP, edullisesti 10 000 - noin 80 000 cP noin 25 °C:ssa, Brookfield RVTDV-II/kara TD/5 kierr/min. Edullisen koostumuksen viskositeetti on 15 000 70 000 cP ja viskositeetti on edullisemmin 30 000 - 60 000 cP. Viskositeetti alueella noin 40 000 - noin 45 000 cP on hyväksyttävä.

Nestesaippuaa kutsutaan dispersoidiksi, koska ainakin osa rasvahappokomponentista on tässä patenttihakemuk-

sessa käytettyinä pitoisuuksina liukenematon. Veden pitoisuus koostumuksissa on tyypillisesti noin 55 - noin 90 %, edullisesti noin 60 - noin 80 %.

Eräiden edullisten puhtaiden tyydyttyneiden happojen, joiden jodiluku on nolla, kemialliset ominaisuudet ilmenevät alla olevasta puhtaiden happojen taulukosta.

Puhtaiden happojen taulukko

Happo	Ketjunpituus	Happoluku paino	Molekyyli- °C	Titteri
Dekaani	C-10	326	172	
Lauriini	C-12	280	200	44,2
Myristiini	C-14	246	228	54,4
Pentadekaani	C-15	231	242	
Palmitiini	C-16	219	256	62,9
Margariini	C-17	207	270	
Steariini	C-18	197	284	69,6
Nonadekaani	C-19	188	298	
Arakidiini	C-20	180	312	
Behen	C-22	165	340	

"Luonnon"happojen titterit jäävät käsiteltävänä olevan keksinnön valikoidun rasvahappokomponentin ulkopuolelle.

Palmunydinhappotaulukko

Tyydyttynyt happo	Ketjunpituus	Paino-%
Oktaani	C-8	3
Dekaani	C-10	3
Lauriini	C-12	50
Myristiini	C-14	18
Palmitiini	C-16	8
Steariini	C-18	2

Tyydyttymätön happo		
Öljy	C-18 = 1	14
Linoli	C-18 = 2	2
Jodiluku	pieni	14
	suuri	23
Saippuoitumisluku	pieni	245
	suuri	255
Titteri °C		
(rasvahappo)	pieni	20
	suuri	28

Huomaa, että titteri on pieni

Kookospähkinähappotaulukko

Tyydyttynyt happo	Ketjunpituus	Paino-%
Oktaani	C-8	7
Dekaani	C-10	6
Lauriini	C-12	50
Myristiini	C-14	18
Palmitiini	C-16	8,5
Stearíini	C-18	3
Tyydyttymätön happo		
Öljy	C-18 = 1	6
Linoli	C-18 = 2	1
Linoleeni	C-18 = 3	0,5
Jodiluku	pieni	7,5
	suuri	10,5
Saippuoitumisluku	pieni	250
	suuri	264
Titteri °C (rasvahappo)	pieni	20
	suuri	24

Kookospähkinähapon jodiluku on hyväksyttävä, mutta sen titteri on pieni.

Tali-BFT-taulukko

Tyydyttynyt happo	Ketjunpituus	Paino-%
Myristiini	C-14	3
Pentadekaani	C-15	0,5
Palmitiini	C-16	24
Margariini	C-17	1,5
Stearíini	C-18	20
Tyydyttymätön happo		
Myristo-oleiini	C-14 = 1	1
Palmito-oleiini	C-16 = 1	2,5
Öljy	C-18 = 1	43
Linoli	C-18 = 2	4
Linoleeni	C-18 = 3	0,5
Jodiluku	pieni	45
	suuri	50
Saippuoitumisluku	pieni	192
	suuri	202
Titteri °C		
(rasvahappo)	pieni	40
	suuri	45

Käsiteltävänä olevan keksinnön edullisen nestesaippuan toisena tärkeänä erityispiirteenä on pumpattavuus, erityisesti varastoinnin jälkeen, johon liittyy lämpötilasyklejä. Vähemmän edullinen nestetuote on sellainen, jonka alkuviskositeetti mahdollistaa pumppauksen, mutta jonka viskositeetti kasvaa ei-hyväksyttävällä tavalla siten, että se ei ole pumpattavissa kuumennettuna lämpötilaan 45 °C noin kahdeksaksi tunniksi ja jäähdytettynä huoneenlämpötilaan. Käsiteltävänä olevan keksinnön edullisemmat nestesaippuat kestävät useamman kuin yhden tällaisen syklin.

Tässä patenttihakemuksessa käytetty termi "pumpattava" tarkoittaa sitä, että nestesaippua voidaan pum-

pata lasi- tai muovivakiosäiliöstä, jossa paine aikaansaadaan käsin painettavalla pumpulla, jollaisia on kaupan valmistajana esim. Calmar Co., Cincinnati, Ohio kauppanimellä Dispenser SD 200, Kerta-annos on noin 1,7 cm^3 nestesaippuaa. Toista vakiopumppua myy Specialty Packaging Products, Bridgeport, Connecticut kauppanimellä LPD-2 Pump. Tällä pumpulla kerta annos on noin 1,7 cm^3 nestettä.

Nestesaippuatuotteen "varastointiviskositeetti" eli "kiertoviskositeetti" määritellään tässä patenttihakemuksessa tuotteen viskositeetiksi yhden tai useamman lämpötilasyklin jälkeen. Tätä viskositeettia käytetään kuvaamaan nestesaippuoiden varastointikestävyyttä jotka on formuloitu käytettäviksi painekäyttöisellä pumpulla varustetussa vakioannostelijassa. Edullinen tuote on formuloitu siten, että saavutetaan haluttu faasien stabiilisuus, viskositeetti ja vaahto. Siinä ei tapahdu erottumista ja se ei muutu liian viskoosiksi kuumennuksen ja jäähdyttämisen jälkeen ympäristöolosuhteissa.

Tässä patenttihakemuksessa käytetyt termit "alkuviskositeetti" ja "kiertoviskositeetti" on määritelty tämän patenttihakemuksen menetelmien mukaisesti, jollei muuta ilmoiteta. Lyhyesti kuvattuna "kiertoviskositeetti" mitataan sen jälkeen, kun nestesaippua on läpikäynyt syklin, joka käsittää pitämisen 49,5 °C:ssa 8 tuntia ja palamisen 25 °C:seen. Tässä patenttihakemuksessa käytetyllä termillä "viskositeetti" tarkoitetaan molempia viskositeetteja mitattuina laitteella Brookfield RVTDV-II/kara TD 5 kierr/min 25 °C:ssa, jollei muuta ilmoiteta.

Käsiteltävänä olevan keksinnön nestesaippuatuotteen alkuviskositeetti on noin 10 000 - noin 70 000 cP ja/tai kiertoviskositeetti noin 15 000 - noin 80 000 cP.

Käsiteltävänä olevan keksinnön nestesaippuatuote on ohennettavissa leikkaamalla. Sen suuri leikkausohennuskerroin mahdollistaa tuotteen pumppaamisen käsipainekäyttöi-

sestä vakiopumpusta sen suhteellisen suuresta viskositeetista 10 000 - 70 000 cP huolimatta.

Edullisen nestesaippuadispersoidin tässä patenttihakemuksessa määritelty leikkausohennuskerroin on suuri. Sen viskositeetti pienenee kertoimella vähintään 1,5, edullisesti vähintään noin 2, edullisemmin vähintään noin 3. "Leikkausohennuskerroin" on

$$\frac{\text{Viskositeetti leikkausnopeudella } 1\ s^{-1}}{\text{Viskositeetti leikkausnopeudella } 10\ s^{-1}}$$

Viskositeetit mitataan Bohlin VOR reometrillä huoneenlämpötilassa (25 °C). Huom. Seuraavat Bohlin-viskositeetit poikkeavat Brookfieldviskometrillä mitatuista arvoista.

Esimerkki

Nestesaippua (kuten alla olevassa esimerkissä 1B), jonka Bohlin-viskositeetti on noin 38 000 cP leikkausnopeudella noin 1 s^{-1} ja Bohlin-viskositeetti noin 4 000 cP leikkausnopeudella noin 10 s 1. Tämän nesteen leikkausohennuskerroin on noin 38 000/4 000 eli noin 9,5.

Käsiteltävänä olevan keksinnön leikkausohennuskertoimet ovat alueella noin 1,5 - noin 25, edullisesti noin 2 - noin 20, edullisemmin noin 3 - noin 15.

Bohlin-reometrillä mitattiin myös eräiden kaupallisten ja tämän keksinnön mukaisten nestepuhdistusaineiden viskositeetti ja hieman pyöristetyt leikkausohennuskertoimet ilmenevät alempana esimerkkien jälkeen.

Nestesaippua sisältää edullisesti noin 0,2 %:sta yhteensä noin 5 %:iin, edullisesti noin 0,3 %:sta noin 3 %:iin stabiloivaa aineosaa valittuna ryhmästä 0,1 - 2 % sakeutinta, 0,1 - 3 % elektrolyyttiä ja 0,1 - 2 % ionoitumatonta ainetta ja näiden seokset. Yksi tai useampi näistä aineosista voi parantaa nestesaippuan stabiilisuutta. Mitä

laimeampi neste on, sitä enemmän voidaan lisätä näitä stabiloivia aineosia.

Sakeuttimet

Tämän keksinnön sakeuttimet luokitellaan kationisiksi, ionoitumattomiksi tai anionisiksi ja ne valitaan halutun viskositeetin aikaansaamiseksi. Sopivia sakeuttimia on lueteltu teoksen Handbook of Water-Soluble Gums and Resins, Robert L. Davidson, McGraw-Hill Book Co., New York, N.Y., 1980, sanastossa ja luvuissa 3, 4, 12 ja 13 ja teos on liitetty tähän patenttihakemukseen viitteenä.

Nestemäiset kehonpuhdistustuotteet voidaan sakeuttaa polymeerisillä lisäaineilla, jotka hydratoitumalla, turpoamalla tai molekyyliyhteenliittymien avulla aikaansaavat konsistenssin (esim. hydroksipropyyliguarkumia käytetään sakeutusapuaineena sampookoostumuksissa).

Ionoitumattomiin selluloosasakeuttimiin kuuluvat seuraavat polymeerit, niihin kuitenkaan rajoittumatta:

1. hydroksietyyliselluloosa,
2. hydroksimetyyliselluloosa,
3. hydroksipropyyliselluloosa ja
4. hydroksibutyylimetyyliselluloosa.

Anionisena selluloosasakeuttimena on karboksimetyyliselluloosa ja vastaavat.

Edullinen sakeutin on ksantaanikumi, jonka molekyylipaino (mp.) on noin 2 000 000 ± 500 000. Jokaisessa molekyylissä on noin 2 000 toistuvaa yksikköä.

Toinen edullinen sakeutin on akryloitu steareth-20 metyyliakrylaattikopolymeeri, jota myy Rohm & Haas Company nimellä Acrysol ICS-1.

Käsiteltävinä olevissa koostumuksissa on polymeerisakeuttimen käyttökelpoiseksi määräksi havaittu noin 0,1 - noin 2 %, edullisesti noin 0,2 - noin 1,0 %.

Elektrolyytti

Käsiteltävinä oleville koostumuksille asetettavana lisävaatimuksena on se, että niiden on sisällettävä pie-

nenä pitoisuutena elektrolyyttiä. Elektrolyyttejä ovat epäorgaaniset suolat (esim. kalium- tai natriumkloridi) ja myös orgaaniset suolat (esim. natriumsitraatti, kaliumasetaatti). Kaliumkloridi on edullinen. Elektrolyytin määrä vaihtelee pinta-aktiivisen systeemin tyypin mukaan, mutta elektrolyyttiä on oltava lopullisessa tuotteessa pitoisuutena noin 0,1 - noin 3 %, edullisesti noin 0,25 - noin 2,9 %. Yllä mainittujen kloridi- ja sitraattisuolojen lisäksi muita suoloja ovat fosfaatit, sulfaatit ja muut halogeeni-ionisuolat. Tällaisten suolojen vastaioneina voivat olla natriumioni tai muut yksiarvoiset kationit sekä kaksi- ja kolmearvoiset kationit. On huomattava, että nämä suolat voivat suurina pitoisuuksina aiheuttaa epästabiilisuutta.

Ionoitumaton stabilointiaine

Käsiteltävänä olevan keksinnön toisena edullisena komponenttina on ionoitumaton aine. Edullinen ionoitumaton aine on polyglyseroliesteri (PGE).

Aineryhmiä, jotka ovat erityisen sopivia ionoitumattomina pinta-aktiivisina aineina, ovat alkoksyloidut rasva-alkoholit tai alkyylifenolit, jotka on alkoksyloitu etyleenioksidilla tai etyleenioksidin tai propyleenioksidin seoksilla; rasvahappojen tai rasvahappoamidien polyglykoliesterit; etyleenioksidi/propyleenioksidilohkopolymeerit; glyseroliesterit ja polyglyseroliesterit; sorbitoli ja sorbitaaniesterit; glyserolin polyglykoliesterit; etoksyloidut lanoliinijohdannaiset ja alkanoliamidit ja sakkaroosiesterit.

Valinnaiset komponentit

Jos valinnaisia komponentteja on mukana, yksittäisten komponenttien pitoisuus on yleensä noin 0,001 - noin 10 paino-% koostumuksesta laskettuna.

Nestemäiset kylpy/suihkupuhdistuskoostumukset voivat sisältää erilaisia ei-välttämättömiä valinnaisia aineosia, jotka parantavat tällaisten tuotteiden haluttavuut-

ta. Tällaiset tavanomaiset valinnaiset aineosat ovat ammattimiehelle tuttuja esimerkkeinä säilöntäaineet kuten bentsyylialkoholi, metyyliparabeeni, propyyliparabeeni ja imidatsolidinyyliurea; muut sakeuttimet ja viskositeetin säätöaineet kuten C_8-C_{18}-etanoliamidi (esim. kookospähkinäetanoliamidi) ja polyvinyylialkoholi; ihonkostutusaineet kuten glyseroli; pH:n säätöaineet kuten sitruunahappo, meripihkahappo, fosforihappo, natriumhydroksidi jne.; suspendointiaineet kuten magnesium/alumiinisilikaatti; hajusteet; väriaineet ja kompleksointiaineet kuten dinatriumetyleenidiamiinitetra-asetaatti.

Pinta-aktiivinen aine

Käsiteltävänä olevan keksinnön edullisen nestesaippuan muodossa olevan kehonpuhdistustuotteen tärkeänä erityispiirteenä on sen runsas ja pehmeä vaahto.

Edullinen koostumus sisältää myös noin 1 - noin 10 %, edullisesti noin 2 - noin 6 % voimakkaasti vaahtoavaa, synteettistä pinta-aktiivista ainetta.

Käsiteltävinä olevien koostumusten tärkeänä valinnaisena komponenttina on vaahtoa voimistava pinta-aktiivinen aine. Pinta-aktiivisen aineen, joka voidaan valita lukuisten anionisten (ei-saippua), amfoteeristen, kahtaisionisten ja joissakin tapauksissa kationisten pinta-aktiivisten aineiden joukosta, pitoisuus on noin 1 - noin 10 %, edullisesti noin 2 - noin 6 % nestetuotteen painosta laskettuna.

Puhdistustuotteita käsittelevästä patenttikirjallisuudesta löytyy yllin kyllin synteettisiä pinta-aktiivisia aineita koskevia selityksiä. Seuraavissa viitteissä on selitetty eräitä edullisia pinta-aktiivisia aineita ja muita puhdistustuoteaineosia:

Patentti-julkaisu nro	Julkaisu-päiväys	Keksijä(t)
4 061 602	12/1977	Oberstar ja muut
4 234 464	11/1980	Morshauser
4 472 297	9/1984	Bolich ja muut
4 491 539	1/1985	Hoskins ja muut
4 540 507	9/1985	Grollier
4 565 647	1/1986	Llenado
4 673 525	6/1987	Small ja muut
4 704 224	11/1987	Saud
4 788 006	11/1988	Bolich Jr. ja muut
4 812 253	3/1989	Small ja muut
4 820 447	4/1989	Medcalf ja muut
4 906 459	3/1990	Cobb ja muut
4 923 635	5/1990	Simion ja muut
4 954 282	9/1990	Rys ja muut

Kaikki mainitut patentit on liitetty tähän patenttihakemukseen viitteinä. Edullinen synteettinen pinta-aktiivinen aine ilmenee tämän patenttihakemuksen esimerkeistä. Edulliset pinta-aktiivisen aineen systeemit on suunniteltu selektiivisesti ottaen huomioon ulkonäön, stabiilisuuden, vaahdon, puhdistuskyvyn ja mietouden.

On huomattava, että pinta-aktiivisen aineen mietous voidaan mitata ihosuojan läpäisytestillä, jota käytetään pinta-aktiivisten aineiden ärsyttävyyden määrittämiseksi. Mitä miedompi pintaaktiivinen aine on tässä testissä, sitä pienempi on ihosuojan läpäisy. Ihosuojan läpäisyn mittana on radiomerkityn veden (^3H-H_2O) suhteellinen määrä, joka kulkeutuu testiliuoksesta ihon epidermiksen läpi diffuusiotuotekammiossa olevaan fysiologiseen puskuriin. Tämän testin on kuvannut T.J. Franz julkaisussa J. Invest. Dermatol., 1975, 64, s. 190 - 195, ja se on kuvattu US-patenttijulkaisussa 4 673 525, Small ja muut, julkaistu 16.

kesäkuuta 1987, joka on liitetty tähän patenttihakemukseen viitteenä ja jossa selitetään mieto, pinta-aktiiviseen alkyyliglyseryylieetterisulfonaattiin (AGS) pohjautuva synteettinen tankosaippua, joka käsittää alkyyliglyseryylieetterisulfonaatti"vakio"seoksen. Ihonsuojaläpäisytestiä käytetään mietojen pintaaktiivisten aineiden seulonnassa. Eräitä edullisia mietoja synteettisiä pinta-aktiivisia aineita on selitetty yllä mainituissa Smallin ja muiden patenteissa ja Rysin ja muiden patentissa.

Hyvin vaahtoamista parantavien, mietojen pinta-aktiivisten pesuaineiden eräitä esimerkkejä ovat esim. natrium- tai kaliumlauroyylisarkosinaatti, alkyyliglyseryylieetterisulfonaatti, sulfonoidut rasvaesterit ja sulfonoidut rasvahapot.

Tähän patenttihakemukseen viitteinä liitetyissä julkaisuissa on selitetty lukuisa joukko muita pinta-aktiivisia aineita. Niihin kuuluu muita alkyylisulfaatteja, anionisia asyylisarkosinaatteja, metyyliasyylitauraatteja, N-asyyliglutamaatteja, asyyli-isetionaatteja, alkyylisulfosuksinaatteja, alkyylifosfaattiestereitä, etoksyloituja alkyylifosfaattiestereitä, trideceth-sulfaatteja, proteiinikondensaatteja, etoksyloitujen alkyylisulfaattien ja alkyyliamiinioksidien seoksia, betaiineja, sultaiineja ja näiden seoksia. Pinta-aktiivisiin aineisiin kuuluvat alkyylieetterisulfaatit, joissa on 1 - 12 etoksiryhmää, erityisesti ammonium- ja natriumlauryylieetterisulfaatit.

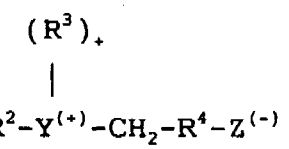
Näiden pinta-aktiivisten aineiden alkyyliketjuja ovat C_8-C_{22}, edullisesti C_{10}-C_{18}, edullisemmin C_{12}-C_{14}. Alkyyliglykosidit ja metyyliglukoosiesterit ovat edullisia mietoja ionoitumattomia aineita, joita voidaan käyttää seoksina muiden mietojen anionisten tai amfoteeristen pinta-aktiivisten aineiden kanssa tämän keksinnön koostumuksissa. Alkyylipolyglykosidipesuaineet ovat käyttökelpoisia vaahtoamista parantavia aineita. Alkyyliryhmä voi vaihdella välillä noin 8 ja noin 22 ja glykosidiyksikköjen määrä

per molekyyli voi vaihdella välillä noin 1,1 ja noin 5, jolloin molekyylin hydrofiilisen ja hydrofobisen osan välille aikaansaadaan asianmukainen tasapaino. Edullisia ovat yhdistelmät, jotka muodostuvat C_8-C_{18}-, edullisesti C_{12}-C_{16}-alkyylipolyglykosideista, joissa keskimääräinen glykosidaatioaste on alueella noin 1,1 - noin 2,7, edullisesti noin 1,2 - noin 2,5.

Anionisten ei-saippua pinta-aktiivisten aineiden esimerkkejä ovat orgaanisten rikkireaktiotuotteiden alkalimetallisuolat, joiden molekyylirakenteessa on 8 - 22 hiiliatomia sisältävä alkyyliradikaali ja sulfonihappo- tai rikkihappoesteriradikaali (alkyylillä tarkoitetaan myös korkeampi-asyyliradikaalien alkyyliosaa). Edullisia ovat natrium-, ammonium-, kalium- tai trietanoliamiinialkyylisulfaatit, erityisesti sellaiset, jotka saadaan sulfatoimalla korkeampi-alkoholeja (8 - 18 hiiliatomia), natriumkookosöljyrasvahappomonoglyseridisulfaatit ja -sulfonaatit; reaktiotuotteen, joka syntyy 1 moolista korkeampi-rasva-alkoholia (esim. tali- tai kookosöljyalkoholeja) ja 1 - 12 moolista etyleenioksidia, rikkihappoesterien natrium- tai kaliumsuolat; alkyylifenolietyleenioksidieetterisulfaatin natrium- tai kaliumsuolat, joissa on 1 - 10 etyleenioksidiyksikköä per molekyyli ja joiden alkyyliradikaaleissa on 8 - 12 hiiliatomia, natriumalkyyliglyseryylieetterisulfonaatit; rasvahappojen reaktiotuotteet, joissa on 10 - 22 hiiliatomia ja jotka on esteröity isetionihapolla ja neutraloitu natriumhydroksidilla; rasvahappojen ja sarkosiinin muodostamien kondensaatiotuotteiden vesiliukoiset suolat sekä muut tekniikan tasolla tunnetut aineet.

Kahtaisionisten pinta-aktiivisten aineiden esimerkkejä ovat sellaiset, jotka ovat laajasti ottaen kuvattavissa alifaattisten kvartaaristen ammonium-, fosfonium- ja sulfoniumyhdisteiden johdannaisiksi, joissa alifaattiset radikaalit voivat olla suoria tai haarautuneita ja joiden

yhdessä alifaattisessa substituentissa on noin 8 - 18 hiiliatomia ja yhdessä on anioninen vesiliukoiseksi tekevä ryhmä kuten karboksi, sulfonaatti, sulfaatti, fosfaatti tai fosfonaatti. Näillä yhdisteillä on yleinen kaava



jossa R^2 sisältää noin 8 - noin 18 hiiliatomia sisältävän alkyyli-, alkenyyli- tai hydroksialkyyliradikaalin, 0 - noin 10 etyleenioksidiosaa ja 0 - 1 glyseryyliosaa; Y on valittu ryhmästä typpi-, fosfori- ja rikkiatomit; R^3 on 1 - noin 3 hiiliatomia sisältävä alkyyli- tai monohydroksialkyyliryhmä; x on 1, kun Y on rikkiatomi, ja 2, kun Y on typpi- tai fosforiatomi; R^4 on 1 - noin 4 hiiliatomia sisältävä alkyleeni tai hydroksialkyleeni ja Z on radikaali, joka on valittu ryhmästä karboksylaatti, sulfonaatti, sulfaatti, fosfonaatti ja fosfaattiryhmät.

Esimerkkejä ovat 4-[N,N-di(2-hydroksietyyli)-N-oktadekyyliammonio]butaani-1-karboksylaatti; 5-[S-3-hydroksipropyyli-S-heksadekyylisulfonio]-3-hydroksipentaani-1-sulfaatti;3-[P,P-P-dietyyli-P-3,9,6-trioksatetradeksosyylifosfonio]-2-hydroksipropaani-1-fosfaatti; 3-[N,N-dipropyyli-N-3-dodekoksi-2-hydroksipropyyliammonio]propaani-1-fosfonaatti; 3-(N,N-dimetyyli-N-heksadekyyliammonio)propaani-1-sulfonaatti; 3-(N,N-dimetyyli-N-heksadekyyliammonio)-2-hydroksipropaani-1-sulfonaatti;4-[N,N-di(2-hydroksietyyli)-N-(2-hydroksidodekyyli)ammonio]butaani-1-karboksylaatti; 3-[S-etyyli-S-(3-dodekoksi-2-hydroksipropyyli)-sulfonio]propaani-1-fosfaatti; 3-(P,P-dimetyyli-P-dodekyylifosfonio)propaani-1-fosfonaatti ja 5-[N,N-di(3-hydroksipropyyli)-N-heksadekyyliammonio]-2-hydroksipentaani-1-sulfaatti.

Käsiteltävänä olevan keksinnön koostumuksissa käyttökelpoisten amfoteeristen pinta-aktiivisten aineiden esimerkkejä ovat sellaiset, jotka ovat laajasti ottaen kuvattavissa alifaattisten sekundaaristen ja tertiaaristen amiinien johdannaisiksi, joissa alifaattinen radikaali voi olla suora tai haarautunut ja joiden yhdessä alifaattisessa substituentissa on noin 8 - noin 18 hiiliatomia ja yhdessä on anioninen vesiliukoiseksi tekevä ryhmä kuten karboksi, sulfonaatti, sulfaatti, fosfaatti tai fosfonaatti. Tämän määritelmän mukaisten yhdistelmien esimerkkejä ovat natrium-3-dodekyyliaminopropionaatti, natrium-3-dodekyyliaminopropaanisulfonaatti, N-alkyylitauriinit, esim. yhdiste, joka valmistetaan antamalla dodekyyliamiinin reagoida natriumisetionaatin kanssa US-patenttijulkaisun 2 438 091 opin mukaan, N-korkeampi-alkyyliasparagiinihapot, esim. sellaiset, jotka valmistetaan US-patenttijulkaisun 2 438 091 opin mukaan sekä tuotteet, jotka myydään kauppanimellä "Miranol" ja jotka on kuvattu US-patenttijulkaisussa 2 528 378. Muut amfoteerit kuten betaiinit ovat myös käyttökelpoisia käsiteltävänä olevassa koostumuksessa.

Tässä patenttihakemuksessa käyttökelpoisten betaiinien esimerkkejä ovat korkeampi-alkyylibetaiinit kuten kookosdimetyylikarboksimetyylibetaiini, lauryylidimetyylikarboksimetyylibetaiini, lauryylidimetyyli-alfa-karboksietyylibetaiini, setyylidimetyylikarboksimetyylibetaiini, lauryylibis(2-hydroksietyyli)karboksimetyylibetaiini, stearyylibis(2-hydroksipropyyli)karboksimetyylibetaiini, oleyylidimetyyli-gamma-karboksipropyylibetaiini, lauryylibis(2-hydroksipropyyli)-alfa-karboksietyylibetaiinijne. Sulfobetaiinien esimerkkejä ovat kookosdimetyylisulfopropyylibetaiini, stearyylidimetyylisulfopropyylibetaiini, lauryylibis(2-hydroksietyyli)sulfopropyylibetaiini, amidobetaiinit, amidosulfobetaiinit jne.

Monet kationiset pinta-aktiiviset aineet ovat tekniikan tasolla tunnettuja. Esimerkkeinä voidaan mainita seuraavat: stearyylidimetyylibentsyyliammoniumkloridi; dodekyylitrimetyyliammoniumkloridi; nonyylibentsyylietyylidimetyyliammoniumnitraatti; tetradekyylipyridiniumbromidi; lauryylipyridiniumkloridi; setyylipyridiniumkloridi; lauryylipyridiniumkloridi; lauryyli-isokinoliumbromidi; ditali(hydrattu)dimetyyliammoniumkloridi; dilauryylidimetyyliammoniumkloridi ja stearyylialkonikloridi.

Monia muita ei-saippua pinta-aktiivisia aineita on kuvattu teoksessa McCUTCHEON'S, DETERGENTS AND EMULSIFIERS, 1979 ANNUAL, julkaisija Allured Publishing Corporation, joka on liitetty tähän patenttihakemukseen viitteenä.

Yllä mainittuja pinta-aktiivisia aineita voidaan käyttää käsiteltävänä olevan keksinnön nestemäisissä kylpy/suihkupuhdistuskoostumuksissa. Edullisia ovat anioniset pinta-aktiiviset aineet, erityisesti alkyylisulfaatit, etoksyloidut alkyylisulfaatit ja näiden seokset. Edullisempia ovat anioniset C_{12}-C_{14}-pinta-aktiiviset aineet valittuina ryhmästä natriumalkyyliglyserolieetterisulfonaatti, natriumlauroyylisarkosinaatti, natriumalkyylisulfaatti, natriumetoksi(3)alkyylisulfaatti ja näiden seokset.

Ionoitumattomat pinta-aktiiviset aineet voidaan laajasti ottaen määritellä yhdisteiksi, jotka valmistetaan kondensoimalla (luonteeltaan hydrofiilisiä) alkyleenioksidiryhmiä orgaanisella hydrofobisella yhdisteellä, joka voi olla luonteeltaan alifaattinen tai alkyyliaromaattinen. Ionoitumattomien pinta-aktiivisten aineiden edullisten ryhmien esimerkkejä ovat:

1. Alkyylifenolien polyetyleenikondensaatit, esim. alkyylifenolien, joiden alkyyliryhmässä on noin 6 - 12 hiiliatomia joko suora- tai haaraketjuisena konfiguraationa, ja etyleenioksidin muodostamat kondensaatiotuotteet, jolloin mainitun etyleenioksidin määrä on 10 - 60 moolia

etyleenioksidia per mooli alkyylifenolia. Alkyylisubstituentti tällaisissa yhdisteissä voidaan johtaa esim. polymeroidusta propyleenistä, di-isobutyleenistä, oktaanista tai nonaanista.

2. Yhdisteet, jotka on johdettu etyleenioksidin ja tuotteen kondensaatiosta, joka syntyy propyleenioksidin reagoidessa etyleenidiamiinituotteiden kanssa, joiden osuutta koostumuksessa voidaan vaihdella halutusta hydrofobisten ja hydrofiilisten elementtien halutusta tasapainosta riippuen. Tyydyttäviä ovat esim. yhdisteet, jotka sisältävät noin 40 - noin 80 paino-% polyoksietyleeniä ja joiden molekyylipaino on noin 5 000 - noin 11 000 ja jotka muodostuvat etyleenioksidiryhmien reagoidessa hydrofobisen emäksen kanssa, joka on etyleenidiamiinin ja propyleenioksidin muodostama reaktiotuote, jolloin mainitun emäksen molekyylipaino on noin 2 500 - 3 000.

3. Kondensaatiotuote, joka muodostuu alifaattisista, 8 - 18 hiiliatomia sisältävistä alkoholeista joko suora- tai haaraketjuisena konfiguraationa ja etyleenioksidista, esim. kookosalkoholietyleenioksidikondensaatti, jossa on 10 - 30 moolia etyleenioksidia per mooli kookosalkoholia, jolloin kookosalkoholiosassa on 10 - 14 hiiliatomia. Muita etyleenioksidikondensaatiotuotteita ovat moniarvoisten alkoholien etoksyloidut rasvahappoesterit (esim. Tween 20-polyoksietyleeni(20)sorbitaanimonolauraatti).

4. Pitkäketjuiset tertiaariset amiinioksidit, joilla on seuraava yleinen kaava

$$R_1R_2R_3N \rightarrow O$$

jossa R_1 sisältää noin 8 - noin 18 hiiliatomia sisältävän alkyyli-, alkenyyli- tai monohydroksialkyyliradikaalin, 0 - noin 10 etyleenioksidiosaa ja 0 - 1 glyseryyliosaa, ja R_2 ja R_3 sisältävät 1 - noin 3 hydroksiryhmää, esim. metyy-

li-, etyyli-, propyyli-, hydroksietyyli- tai hydroksipropyyliradikaaleja. Kaavan nuoli esittää tavalliseen tapaan semipoolista sidosta. Tässä keksinnössä käyttökelpoisten amiinioksidien esimerkkejä ovat dimetyylidodekyyliamiinioksidi, oleyylidi(2-hydroksietyyli)amiinioksidi, dimetyylioktyyliamiinioksidi, dimetyylidekyyliamiinioksidi, dimetyylitetradekyyliamiinioksidi, 3,6,9-trioksaheptadekyylidietyyliamiinioksidi, di(2-hydroksietyyli)tetradekyyliamiinioksidi, 2-dodekoksietyylidimetyyliamiinioksidi, 3-dodekoksi-2-hydroksipropyylidi(3-hydroksipropyyli)amiinioksidi, dimetyyliheksadekyyliamiinioksidi.

5. Pitkäketjuiset tertiaariset fosfiinioksidit, joilla on seuraava yleinen kaava

RR'R"P → O

jossa R sisältää alkyyli-, alkenyyli- tai monohydroksialkyyliradikaalin, jonka ketjunpituus on 8 - 18 hiiliatomia, 0 - noin 10 etyleenioksidiosaa ja 0 - 1 glyseryyliosaa ja R' ja R" ovat kumpikin alkyyli- tai monohydroksialkyyliryhmiä, joissa on 1 - 3 hiiliatomia. Kaavan nuoli esittää tavalliseen tapaan semipoolista sidosta. Sopivien fosfiinioksidien esimerkkejä ovat dodekyylidimetyylifosfiinioksidi, tetradekyylimetyylietyylifosfiinioksidi, 3,6,9-trioksaoktadekyylidimetyylifosfiinioksidi, setyylidimetyylifosfiinioksidi, 3-dodekoksi-2hydroksipropyylidi-(2-hydroksietyyli)fosfiinioksidi stearyylidimetyylifosfiinioksidi, setyylietyylipropyylifosfiinioksidi, oleyylidietyylifosfiinioksidi, dodekyylidietyylifosfiinioksidi, tetradekyylidietyylifosfiinioksidi, dodekyylidipropyylifosfiinioksidi, dodekyylidi(hydroksimetyyli)fosfiinioksidi, dodekyylidi(2-hydroksietyyli)fosfiinioksidi, tetradekyylimetyyli-2-hydroksipropyylifosfiinioksidi, oleyylidimetyylifosfiinioksidi, 2-hydroksidodekyylidimetyylifosfiinioksidi.

6. Pitkäketjuiset dialkyylisulfoksidit, jotka sisältävät yhden lyhytketjuisen, 1 - noin 3 hiiliatomia sisältävän alkyyli- tai hydroksialkyyliradikaalin (tavallisesti metyyli) ja yhden pitkän hydrofobisen ketjun, joka sisältää alkyyli-, alkenyyli-, hydroksialkyyli- tai ketoalkyyliradikaaleja, joissa on noin 8 - noin 20 hiiliatomia, 0 - noin 10 etyleenioksidiosaa ja 0 - 1 glyseryyliosaa. Esimerkkejä ovat oktadekyylimetyylisulfoksidi, 2-ketotridekyylimetyylisulfoksidi, 3,6,9-trioksaoktadekyyli-2-hydroksietyylisulfoksidi, dodekyylimetyylisulfoksidi, oleyyli-3-hydroksipropyylisulfoksidi, tetradekyylimetyylisulfoksidi, 3-metoksitridekyylimetyylisulfoksidi, 3-hydroksitridekyylimetyylisulfoksidi, 3-hydroksi-4-dodekoksibutyylimetyylisulfoksidi.

Tämän patenttihakemuksen nestemäisten kylpy/suihkupuhdistuskoostumusten pH on yleensä alueella noin 8 - noin 9,5, edullisesti noin 8,5 - noin 9 mitattuna 10-prosenttisesta vesiliuoksesta 25 °C:ssa.

Valmistusmenetelmä

Käsiteltävänä olevan keksinnön nestesaippuapuhdistuskoostumukset voidaan valmistaa esimerkeissä esitettyjen tekniikkojen avulla. Edullinen menetelmä stabiilin nesteen valmistamiseksi käsittää vaiheet, joissa (1) kuumennetaan vedellinen (35 - 60 % vettä) saippua-FFA-seos ja saadaan faasistabiili (nestekide)sula; (2) jäähdytetään sula huoneenlämpötilaan ja saadaan faasistabiili kerma ja (3) laimennetaan kerma vedellä ja saadaan stabiili, dispersoidinen nestesaippua. Nämä vaiheet toteutetaan edullisesti vakuumissa, mutta vakuumi ei ole välttämätön. Vakuumi voidaan korvata muilla ilmanpoistomenettelyillä, esim. sentrifugoinnilla. Laimennusvesi sisältää edullisesti 0,5 % PGE:tä, 0,5 % elektrolyyttiä ja 0,2 % polymeerisakeutinta varastointikestävyyden parantamiseksi. Edullisen saippuan varastointikestävyysviskositeetti on noin 10 000 - noin 80 000 cP (RVTDV-II, kara TD, 5 kierr/min). Viskositeetti

45 000 cP (± 15 000 cP) on ihanteellinen annosteltaessa tätä (leikkausvoimalla voimakkaasti ohentuvaa) nestettä vakiomäntäpumpusta kehonpuhdistusta varten. Edullinen nestesaippua voidaan formuloida hyvin miedoksi pitämällä saippuan konsentraatio pienenä ja käyttämällä valikoituja korkeampien, tyydyttyneiden rasvahappojen saippuaketjuja. Lisättäessä vaahtoamista voimistavaa pinta-aktiivista ainetta kuten natrium- tai kaliumlauroyylisarkosinaattia (2,5 %) edullinen nestesaippua vaahtoaa erittäin hyvin.

Nestesaippuapuhdistuskoostumukset ovat käyttökelpoisia kokokehon puhdistuksessa. Peruskeksintö lienee myös sovellettavissa muihin nestetyyppisiin tuotteisiin kuten käsien pesussa käytettäviin nestesaippuoihin.

Käytetään seuraavia menettelyjä nestesaippuakoostumusten arvostelemiseksi.

Menettely I - Alkuviskositeetti (100 %:nen tuote)

Laite: Brookfield RVTDV-II viskosimetri, kierukkaelin (helipath), kara TD, 4 unssin (113 g) näyteastia.

Olosuhteet: Näytteen lämpötila saatettu taspainoon huoneenlämpötilan kanssa (23 °C/72 - 77 °F), Brookfield 5 kierr/min.

Menettely:

Siirrä noin 120 ml tuotetta 4 unssin näyteastiaan ja varo ilmakuplia. Anna näytteen asettua tasapainoon huoneenlämpötilan kanssa vähintään 4 tuntia. Kalibroi ja nollaa viskosimetri Brookfield-käyttöohjeiden mukaan. Kun TD-kara on kiinnitetty paikalleen, viskosimetri säädetty arvoon 5 kierr/min ja kierukkaelimen kiinnitysjalustaan on kytketty virta (alaspäinsuunta), laske viskosimetri niin alas, että kara melkein koskettaa näytteen pintaa. Tarkkaile karan liikettä kierukkaelimen työntäessä sen näytteen pinnan läpi. Aloita ajan laskenta heti, kun kara peittyy näytteeseen. Merkitse muistiin 30 sekunnin kuluttua seuraavat viisi viskositeettilukemaa. Laske näiden lukemien keskiarvo ja merkitse se muistiin. Jos nestesaip-

puan viskositeetti on alueella noin 10 000 - noin 100 000 cP, se hyväksytään tässä testissä.

Menettely IIA - Viskositeettisykli (100 %:nen tuote)

Laite: Brookfield RVTDV-II viskosimetri, kierukkaelin (helipath), kara TD, 4 unssin (113 g) näyteastia, 120 °F (noin 49,5 °C) vakiolämpötilahuone tai -vesihaude.

Olosuhteet: Kierrätä näyte huoneenlämpötilasta (RT) 49,5 °C:seen ja takaisin huoneenlämpötilaan. Näytteen viipymisajan 49,5 °C:ssa on oltava vähintään 8 tuntia ja huoneenlämpötilaan palautuksen jälkeen on viipymisajan oltava vähintään 8 tuntia ennen viskositeetin mittaamista. Brookfield 5 kierr/min.

Menettely:

Siirrä noin 120 ml tuotetta 4 unssin näyteastiaan ja varo ilmakuplia. Aseta näyte vakiolämpötilassa 49,5 °C olevaan huoneeseen, kaappiin tai vesihauteeseen. Pidä näytettä tässä lämpötilassa vähintään 8 tuntia. Siirrä tuote huoneenlämpötilaan ja anna asettua tasapainoon vähintään 8 tuntia. Kalibroi ja nollaa viskosimetri Brookfield-käyttöohjeiden mukaan. Kun TD-kara on kiinnitetty paikalleen, viskosimetri säädetty arvoon 5 kierr/min ja kierukkaelimen kiinnitysjalustaan on kytketty virta (alaspäinsuunta), laske viskosimetri niin alas, että kara melkein koskettaa näytteen pintaa. Tarkkaile karan liikettä kierukkaelimen työntäessä sen näytteen pinnan läpi ja heti kun kara peittyy näytteeseen, anna kulua 30 sekuntia ja merkitse sitten muistiin viisi seuraavaa viskositeettilukemaa. Laske näiden lukemien keskiarvo ja merkitse se muistiin. Jos nestesaippuan viskositeetti on alueella 10 000 - 100 000 cP, se hyväksytään tässä testissä.

Menettely IIB

Sama kuin menettely IIA, mutta T° = 37,8 °C.

Menettely III - Nopeutettu stabiilisuus

Laite: Lämpötilan säädöllä varustettu sentrifugi tai vakiolämpötilahuone, 25 - 30 ml:n piilasipulloja.

Olosuhteet: Sentrifugoi näytteet arvossa noin 350 g ja lämpötilassa 120 °F (49,5 °C).

Menettely:

Siirrä noin 25 ml tuotetta lasipulloon ja varo ilmakuplia. Aseta näyte tasapainottumista varten vähintään kahdeksi tunniksi ympäristöön, jossa lämpötila on 49,5 °C. Aseta pullo sentrifugiin, jonka ympäristö on säädetty 49,5 °C:seen. Sentrifugoi arvolla noin 350g (350 x painovoima) 1 200 kierr/min 4 tuntia. Poista näyte sentrifugista ja tarkista mahdollinen erottuminen faaseiksi ja merkitse tulos muistiin. Jos nestesaippua läpäisee tämän testin, se on erittäin edullinen.

Esimerkit

Seuraavien esimerkkien tehtävänä on tarkemmin selittää ja esittää käsiteltävänä olevan keksinnön suoja-alaan kuuluvia edullisia suoritusmuotoja. Esimerkkien tehtävänä on pelkästään valaista keksintöä ja niiden ei ole katsottava rajoittavan keksintöä, jonka monet vaihtelut ovat mahdollisia poikkeamatta keksinnön hengestä ja suoja-alasta. Jollei toisin ilmoiteta, kaikki prosentit ja suhteet tässä patenttihakemuksessa ovat likimääräisiä ja painon mukaan.

Seuraava esimerkki 1B on käsiteltävänä olevan keksinnön mukainen edullinen dispesoidinen nestesaippua.

Esimerkin 1B Brookfield-viskositeetti on noin 30 000 cP. Esimerkin 1 rasvahappojen jodiluku on suunnilleen nolla ja sen titteri on noin 59 °C. Esimerkissä 1B on kaikkiaan noin 10,2 % saippuaa ja 6,85 % vapaata rasvahappoa ja 2,4 % sarkosinaattia. Saippuan ja vapaan rasvahapon (FFA) suhde on noin 1 : 0,67.

Taulukko 1

Esimerkki 1

Koostumus	**1A**	**1B**
Aineosa	**Paino-%**	**Paino-%**
Steariinihappo	7,55	4,53
Palmitiinihappo	6,23	3,74
Myristiinihappo	8,72	5,23
Lauriinihappo	3,52	2,11
Triclosan	0,30	0,18
KOH (87 %)	3,86	2,32
Glyseroli	15,00	9,00
Mayoquest (45 %)*	0,44	0,26
Natriumlaurolyyli-sarkosinaatti (30 %)	13,33	8,00
JR-400	0,50	0,30
Aloe vera-jauhe	0,01	0,01
Hajuste	0,30	0,18
Yhteensä vettä (n.)	50,00	70,00

*)Mayoquest on HEDP:n ja DPTA:n 50/50-seos

Valmistetaan ensin nestesaippua (esimerkki 1B) sekoittamalla koostumuksen 1A aineosat seuraavasti:

1. Sekoita ja sulata rasvahapot ja Triclosan kokonaisuudessaan vaipoitetussa astiassa ja kuumenna 80 °C:seen.
2. Liuota KOH-pelletit veteen siten, että muodostuu 38-painoprosenttinen liuos.
3. Sekoita glyseroli, natrium- tai kaliumlauroyylisarkosinaatti, JR-400, Mayoquest ja vesi erillisessa vaipoitetussa astiassa ja kuumenna 80 °C:seen.
4. Siirrä vaiheessa 1 saatu sulatettu rasvahapposeos vakuumiastiaan, jonka sisällä on homogenointiväline, seinämän raaputtimia ja lapasekoittimia. Esim. Mizuho Brand Automatic Driving Type Vacuum Emulsifier, malli APVQ-3DP,

myy Mizuho Industrial Co., Ltd., tai T.K. Homo Mixer malli 2M-2, valmistaja Tokushu Kika Kogyo Co., Ltd. Joskaan vakuumi ei ole välttämätön, se on erittäin suositeltava ja voidaan saada välituote, jonka tiheys on noin 1 ± 0,05.

5. Lisää hitaasti KOH-liuos vakuumissa noin 400 mmHg samalla sekoittaen ja homogenoiden saippuoinnin aikana. Pidä lämpötila vakiona 80 ± 5 °C:ssa sekoituksen aikana.

6. Lisää saippuoinnin päätyttyä kohdan 3 vesiseos vakuumissa jatkaen sekoitusta ja homogenointia. Pidä lämpötila vakiona 80 ± 5 °C:ssa sekoituksen aikana, jolloin saadaan faasistabiili sula.

7. Aloita välittömästi jäähdytys 80 °C:sta 50 °C:seen nopeudella 3 °C/min. Jatka sekoitusta ja vakuumia jäähdytysvaiheen aikana, mutta lopeta homogenointi.

8. Liuota Aloe vera-jauhe veteen ja lisää liuos 50 °C:ssa.

9. Jäähdytä 50 °C:sta 35 °C:seen nopeudella 0,5 °C/min vakuumissa samalla sekoittaen.

10. Lopeta vakuumi 35 °C:ssa ja lisää hajuste. Jatka jäähdyttämistä ja sekoitusta, kunnes lopullinen seos saavuttaa lämpötilan noin 30 °C. Lopeta jäähdytys 30 °C:ssa ja poista seos astiasta.

11. Vaiheesta 10 (1A) saatu jäähtynyt sula laimennetaan sitten tislatulla vedellä suunnilleen huoneenlämpötilassa. Vesi ja jäähtynyt sula sekoitetaan ensin varovasti tasalaatuiseksi lietteeksi, joka siirretään sitten vaiheen 4 vakuumiastiaan ja homogenoidaan noin 10 minuuttia vakuumissa noin 600 mmHg ja saadaan vedellinen (70 % vettä) nestesaippuadispersoidi (esimerkki 1B).

Nestesaippuat voidaan valmistaa vaihtelemalla tätä menettelyä, mutta pelkkä esimerkin 1B aineosien sekoittaminen ei tuota stabiilia nestedispersoidia.

Taulukko 2

Esimerkit 2 - 6

Esimerkit 2 - 6 ovat nesteitä, jotka valmistetaan esimerkin 1 menetelmän avulla sillä erolla, että vaiheen 11 laimennusveteen lisätään seuraavat stabiloivat aineosat (prosentteina valmiista nestesaippuasta):
KCl 0,5 %, PGE 0,5 %, ksantaani 0,2 %.

Esimerkit 2 - 5 ja vertailuesimerkki 6

	2	3	4	5	6
Aineosa	**Paino-%**	**Paino-%**	**Paino-%**	**Paino-%**	**Paino-%**
Saippua	10,2	5,0	5,0	20,0	20,0
FFA	6,8	5,0	2,5	10,0	20,0
Vesi	82,8	88,8	91,3	68,8	58,8
Yhteensä	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
Saippua:FFA	1:0,66	1:1	1:0,5	1:0,5	1:1

Esimerkit 2 - 6 valmistetaan lyhyesti sanoen seuraavasti:
1. Saippuan ja FFA:n vedellinen (noin 50 % vettä) seos kuumennetaan faasistabiiliksi sulaksi (vaihe 6 yllä);
2. sula jäähdytetään suunnilleen huoneenlämpötilaan ja
3. jäähtynyt sula laimennetaan vedellä nestesaippuaksi.

Kohdan (3) laimennusvesi sisältää KCl:ää, PGE:tä ja ksantaanikumia. Esimerkin 2 nestesaippuan Brookfield-viskositeetti on 28 000 cP. Esimerkin 2 leikkauslaimennuskerroin on suuri ja se on ihanteellinen annosteltavaksi mäntävakiopumpusta kehonpuhdistusta varten. Esimerkki 2 on suhteellisen mieto, koska sen saippuapitoisuus on pieni ja se sisältää pitkäketjuista, tyydyttynyttä saippuaa. Esimerkeissä 2 - 6 käytetyn rasva-aineksen jodiluku on alle 1 ja titteri noin 59,5. Esimerkeissä 2 - 6 käytettyjen nestesaippuoiden rasva-aineksen koostumus on 13 % ± 2 % C^{1}_{2}, 35 % ± 5 % C_{14}, 24 % ± 3 % C_{16} ja 29 % ± 3 % C_{18} kokonaisrasva-aineksesta laskettuna.

Esimerkit 2 - 5 ovat normaaliolosuhteissa stabiileja nestedispersoideja. Esimerkeissä 4 ja 5 tapahtuu

erottumista stressiolosuhteissa, jotka on määritelty alla nopeutettuna stabiilisuusmenettelynä III.

Esimerkit 4 ja 5 voidaan kutenkin tehdä stabiilimmiksi lisäämällä stabiloivien aineosien pitoisuutta ja/tai kohottamalla titteri yli 60. Vertailukoe-esimerkki 6 geelittyy. Esimerkit 2 ja 3 ovat faasistabiileja ja varastoinninkestäviä. Esimerkki 2 on edullisempi kuin esimerkki 3 paremman vaahdon ansiosta. Edullisen nestesaippuan, esim. esimerkin 2, vaahto on erittäin runsasta ja pehmeää. Joihinkin seuraavista esimerkeistä lisätään kuitenkin vaahtoa voimistavana pinta-aktiivisena aineena natrium- tai kaliumsarkosinaattia (2,4 %) parantamaan vaahdon runsautta ja pehmeyttä.

Seuraavissa esimerkeissä 7 - 24 kauppanimillä esiintyvät aineosat ovat: Mayoquest on HEDP:n ja DPTA:n 50/50-seos. Triclosan on mikrobisidi. JR-400 on polykvaternium 10. Capmul 8210 on kapryyli/kapriinihapon mono/diglyseridejä (mp. 250). Caprol ET on C_{12}-C_{18} sekapolyglyseroliestereitä (mp. 2 300). Caprol 10G-4-0 on dekaglyserolitetraoleaatti (mp. 1 800). Acrysol ICS on yllä määritelty polymeerisakeutin.

Taulukko 3 - Esimerkit 7 - 9

	7	8	9
Aineosa	**Paino-%**	**Paino-%**	**Paino-%**
Steariinihappo	4,53	4,53	5,13
Palmitiinihappo	3,74	3,74	4,18
Myristiinihappo	5,23	5,23	2,87
Lauriinihappo	2,11	2,11	0,87
Triclosan	0,18	0,18	0,18
KOH (87 %)	2,32	2,32	2,32
Glyseroli	9,00	9,00	9,00
Mayoquest (45 %)	0,26	0,26	0,26
Natriumlauroyyli-sarkosinaatti (30%)	8,00	8,00	-
Kaliumlauroyylisar-kosinaatti (30 %)	-	-	8,00
JR-400	0,30	0,30	0,30
Aloe vera-jauhe	0,01	0,01	0,01
Hajuste	0,18	0,18	0,18
KCl	0,50	-	1,35
K-asetaatti (55 %)	-	1,20	-
Caprol ET	0,50	0,50	0,50
Ksantaani (mp. 2 000 000)	0,20	0,20	0,20
Deionoitu vesi	62,94	62,24	64,65
Nopeutettu stabiilisuus	hyväks.	hyväks.	hyväks.
Alkuviskositeetti	22 000	16 000	14 400
Kiertoviskosi-teetti 120 °F (49,5 °C)	49 000	50 000	-
Kiertoviskosi-teetti 100 °F (38 °C)	163 000	-	20 000

Esimerkit 7 ja 8 ovat kaksi täydellistä nestesaippuadispersoidikoostumusta, joissa on eri elektrolyytti. Esimerkki 7 sisältää 0,5 % KCl:ää ja 2,4 % voimakkaasti vaahtoavaa synteettistä pinta-aktiivista ainetta. Esimerkki 8 sisältää 1,20 x 0,55 eli 0,66 % K-asetaattia kuiva-aineeksi laskettuna. Kummankin viskositeetti on hyväksyttävä. Saippuan kokonaispitoisuus on 10,2 % ja FFA:n kokonaispitoisuus 6,84 %. Saippuan ja FFA:n suhde on 0,67. Esimerkki 7 on yhtä mieto kuin parhaat miedot, synteettisiin pinta-aktiivisiin aineisiin pohjautuvat puhdistusnesteet.

Esimerkki 9 on edullisempi viskositeettinsa vuoksi, joka on 100 °F:ssa (38 °C) suoritetun lämpötilakierrätyksen jälkeen 20 000 verrattuna esimerkin 7 arvoon 163 000. Esimerkissä 9 saippuan kokonaispitoisuus on 10,2 % ja FFA:n kokonaispitoisuus 4,2 % ja vaahtoa voimistavana pinta-aktiivisena aineena on kaliumlauroyylisarkosinaatti. Titteri on 62 ja saippuan ja FFA:n suhde 1: 0,41. Myös esimerkki 9 on yhtä mieto kuin miedot, synteettisiin pinta-aktiivisiin aineisiin pohjautuvat kehonpuhdistusnesteet.

Esimerkissä 8 elektrolyytin eli K-asetaatin moolinen konsentraatio on sama kuin esimerkissä 7 käytetyn KCl:n.

"Nopeutettu stabiilisuus" (menettely III) tarkoittaa sitä, että nestesaippuat pidetään 120 °F:ssa (49,5 °C) 4 tuntia samalla sentrifugoiden (1 200 kierr/min).

"Viskositeetti" mitataan noin 25 °C:ssa (huoneenlämpötila) käyttäen Brookfield RVTDV-II viskosimetriä, joka on varustettu kierukkaelimen kiinnitysjalustalla ja TD-karalla 5 kierr/min, jollei muuta ilmoiteta.

Taulukko 4

Esimerkit 10 - 12

	10	11	12
Aineosa	Paino-%	Paino-%	Paino-%
Steariinihappo	4,53	4,53	4,53
Palmitiinihappo	3,74	3,74	3,74
Myristiinihappo	5,23	5,23	5,23
Lauriinihappo	2,11	2,11	2,11
Triclosan	0,18	0,18	0,18
KOH (87 %)	2,32	2,32	2,32
Glyseroli	9,00	9,00	9,00
Mayoquest	0,26	0,26	0,26
Natriumlaurolyyli-sarkosinaatti (30 %)	8,00	8,00	8,00
JR-400	0,30	0,30	0,30
Aloe vera-jauhe	0,01	0,01	0,01
Hajuste	0,18	0,18	0,18
KCl	0,50	-	-
Capmu 8210	0,50	-	-
Acrysol ICS	-	0,80	-
Hydroksietyyli-selluloosa (mp. 350 000-400 000)	-	-	0,80
Ksantaani (mp. 2 000 000)	0,20	-	-
Deionoitu vesi	62,94	63,34	63,34
Nopeutettu stabiilisuus	hyväks.	heikko	heikko
Alkuviskositeetti	30 000	58 000	48 000
Kiertoviskositeetti	160 000	140 000	200 000

Esimerkki 10 sisältää 0,5 % KCl:ää, 0,50 % Capmul 8210:tä ja 0,20 % ksantaania. Esimerkit 11 ja 12 eivät sisällä KCl:ää. Ne sisältävät vastaavasti 0,80 % Acrysol ICS:ää ja 0,80 % HEC:tä. Vesipitoisuus näissä esimerkeissä on hieman suurempi, koska niissä käytetään vähemmän stabiloivia aineosia. Käytettäessä niitä pumpattavina nestesaippuoina niiden viskositeetit ovat kaikki hyväksyttäviä. Mutta kiertoviskositeetit ovat liian suuria. Esimerkit 11 ja 12 eivät läpäisseet nopeutettua stabiilisuustestiä, mutta ne ovat stabiileja dispersoidisia nestesaippuoita normaaliolosuhteissa. Esimerkeissä 11 ja 12 tapahtui vain vähäistä erottumista nopeutetussa stabiilisuustestissä.

Verratkaa esimerkkiä 10 alla olevaan esimerkkiin 16. Ne ovat identtisiä lukuunottamatta pienimolekyylipainoista (250), ionoitumatonta Capmul 8210:tä esimerkissä 10, jolla näyttää olevan negatiivinen vaikutus kiertoviskositeettistabiilisuuteen. Myös esimerkillä 13 (alla) on identtinen koostumus. Sen ionoitumattomana pinta-aktiivisena aineena on Caprol ET, jonka molekyylipaino on suurempi kuin Capmul 8210:n. Suuremman molekyylipainon omaavalla Caprol ET:llä näyttää olevan positiivinen vaikutus monisykliseen viskositeettiin.

Taulukko 5

Esimerkit 13 - 16

	13	**14**	**15**	**16**
Aineosa	**Paino-%**	**Paino-%**	**Paino-%**	**Paino-%**
Steariinihappo	4,53	4,53	4,53	4,53
Palmitiinihappo	3,74	3,74	3,74	3,74
Myristiinihappo	5,23	5,23	5,23	5,23
Lauriinihappo	2,11	2,11	2,11	2,11
Triclosan	0,18	0,18	0,18	0,18
KOH (87 %)	2,32	2,32	2,32	2,32
Glyseroli	9,00	9,00	9,00	9,00
Mayoquest	0,26	0,26	0,26	0,26
Natriumlauroyylisarkosinaatti (30 %)	8,00	8,00	8,00	8,00
JR-400	0,30	0,30	0,30	0,30
Aloe vera-jauhe	0,01	0,01	0,01	0,01
Hajuste	0,18	0,18	0,18	0,18
KCl	0,50	-	0,50	0,50
Caprol ET	0,50	0,50	0,50	-
Ksantaani	0,20	0,20	-	0,20
Deionoitu vesi	62,94	63,44	63,14	63,44
Nopeutettu stabiilisuus	hyväks.	hyväks.	hyväks.	hyväks.
Alkuviskositeetti	22 000	42 000	46 000	24 000
Kiertoviskositeetti	49 000	185 000	37 000	40 000

Kaikkien erittäin edullisten esimerkkien 13, 15 ja 16 alku- ja kiertoviskositeetti on pumpattavuuden kannalta hyväksyttävä ja ne läpäisevät nopeutetun stabiilisuustestin. Esimerkkien 13, 15 ja 16 kiertoviskositeetti on hyväksyttävä ja ne sisältävät 0,5 % KCl:ää. Huomaa, että esimerkki 14 ei sisällä elektrolyyttiä kiertoviskositeetin stabilointiaineena ja sen kiertoviskositeetti on ei-hyväksyttävän suuri (185 000 cP). Esimerkki 15 ei sisällä ksantaania, mutta sen kiertoviskositeetti on hyväksyttävä. Caprol ET on suurimolekyylipainoinen (2 300), ionoitumaton pinta-aktiivinen aine, joka ei tuhoa kiertoviskositeettia kuten esimerkissä 10 käytetty pienimolekyylipainoinen, ionoitumaton pinta-aktiivinen aine.

Taulukko 6

Esimerkit 17 - 19

	Aineosa	**17** **Paino-%**	**18** **Paino-%**	**19** **Paino-%**
	Steariinihappo	4,53	4,53	4,53
	Palmitiinihappo	3,74	3,74	3,74
	Myristiinihappo	5,23	5,23	5,23
	Lauriinihappo	2,11	2,11	2,11
	Triclosan	0,18	0,18	0,18
	KOH (87 %)	2,32	2,32	2,32
	Glyseroli	9,00	9,00	9,00
	Mayoquest	0,26	0,26	0,26
	Natriumlaurolyyli-sarkosinaatti (30 %)	8,00	8,00	8,00
	JR-400	0,30	0,30	0,30
	Aloe vera-jauhe	0,01	0,01	0,01
	Hajuste	0,18	0,18	0,18
	KCl	0,50	-	-
	Caprol ET	-	-	0,50
	Ksantaani	-	0,20	-
	Deionoitu vesi	63,64	63,94	63,64
	Nopeutettu stabiilisuus	hyväks.	ei-hyväks.	ei hyväks.
	Alkuviskositeetti	37 000	11 000	24 000
	Kiertoviskositeetti	35 000	222 000	180 000

Kaikkien esimerkkien 17 - 19 alkuviskositeetti on hyväksyttävä. Esimerkin 17 ominaisuudet ovat hyväksyttäviä. Kuten esimerkki 14 esimerkit 18 ja 19 eivät sisällä elektrolyyttiä. Esimerkki 17 sisältää 0,50 % KCl:ää ja esimerkit 18 ja 19 eivät sisällä viskositeettia stabiloivaa elektrolyyttiä. Esimerkit 18 ja 19 eivät läpäisseetkään nopeutettua stabiilisuustestiä, mutta huoneenlämpötilassa ne ovat faasistabiileja nestesaippuoita.

Taulukko 7
Esimerkit 20 - 22

	20	**21**	**22**
Aineosa	**Paino-%**	**Paino-%**	**Paino-%**
Steariinihappo	4,53	4,53	4,53
Palmitiinihappo	3,74	3,74	3,74
Myristiinihappo	5,23	5,23	5,23
Lauriinihappo	2,11	2,11	2,11
Triclosan	0,18	0,18	0,18
KOH (87 %)	2,32	2,32	2,32
Glyseroli	9,00	9,00	9,00
Mayoquest	0,26	0,26	0,26
Natriumlauroyyli-sarkosinaatti (30 %)	8,00	8,00	8,00
JR-400	0,30	0,30	0,30
Aloe vera-jauhe	0,01	0,01	0,01
Hajuste	0,18	0,18	0,18
KCl	0,50	-	0,50
K-asetaatti (55 %)	-	1,20	-
Caprol ET	0,50	0,50	0,50
Ksantaani	0,20	0,20	-
Deionoitu vesi	62,94	62,24	63,14

Esimerkeistä 20 - 22 on testattu monisyklinen viskositeettistabiilisuus. Niiden alkuviskositeetti ja monisyklinen viskositeetti on ilmoitettu alla cP x 1 000.

	20	21	22
Alku	24	16	46
Sykli 1	44	50	37
Sykli 2	38	80-100	35-75
Sykli 3	26	60	28-45
Sykli 4	38	65	30-45
Sykli 5	35-60	-	-

Taulukko 8

Esimerkit 23 - 25

	23	**24**	**27**
Aineosa	**Paino-%**	**Paino-%**	**Paino-%**
Steariinihappo	4,53	4,53	4,53
Palmitiinihappo	3,74	3,74	3,74
Myristiinihappo	5,23	5,23	5,23
Lauriinihappo	2,11	2,11	2,11
Triclosan	0,18	0,18	0,18
KOH (87 %)	2,32	2,32	2,32
Glyseroli	9,00	9,00	9,00
Mayoquest	0,26	0,26	0,26
Natriumlauroyyli-sarkosinaatti (30 %)	8,00	8,00	8,00
JR-400	0,30	0,30	0,30
Aloe vera-jauhe	0,01	0,01	0,01
Hajuste	0,18	0,18	0,18
KCl	0,50	0,50	0,50
Caprol 10G-4-0	-	-	0,50
Ksantaani	0,20	-	0,20
Deionoitu vesi	63,44	63,64	62,94

Esimerkkien 22 - 24 monisykliset viskositeetit (cP x 1 000) ovat:

	23	24	25
Alku	24	6	N/A
Sykli 1	40	43	N/A
Sykli 2	60-70	25-50	N/A
Sykli 3	60	45-75	N/A
Sykli 4	115	120-180	N/A
Sykli 5	-	75-130	N/A

N/A = ei saatavissa

Nestemäisten puhdistuskoostumusten alkuviskositeetti on edullisesti noin 15 000 - noin 70 000 cP ja kiertoviskositeetti noin 15 000 - noin 80 000 cP; kiertoviskositeetit alueella noin 20 000 noin 25 000 ovat erittäin hyviä.

Dispersoidinesteiden faasistabiilisuutta tutkittiin sarjalla esimerkkejä. Vaihdeltiin saippuan ja rasvahapon konsentraatioita. Ks. taulukko 9.

Taulukko 9

Esimerkit 26 - 29

Saippuakonsentraatiosarja (Ei stabiloivia aineosia)

	26	27	28	29
Aineosa	**Paino-%**	**Paino-%**	**Paino-%**	**Paino-%**
% saippuaa	9,35	10,2	11,05	11,9
% FFA:ta	6,27	6,84	7,41	7,98
Saippua/FFA-suhde	1:0,67	1:0,67	1:0,67	1:0,67
Nopeutettu stabiilisuus	ei-hyväks.	ei-hyväks.	ei hyväks.	ei hyväks.
Alkuviskositeetti	23 000	38 000	50 000	55 000
Kiertoviskositeetti	110 000	145 000	155 000	155 000

Esimerkit 26 - 29 ilman stabilointiainetta ovat kaikki faasistabiileja nestedispersoideja huoneenlämpötilassa ja niiden alkuviskositeetti on hyväksyttävä, mutta

mikään niistä ei läpäise yllä kuvatuissa stressiolosuhteissa suoritettua nopeutettua stabiilisuustestiä. Yksityiskohdat ilmenevät yllä esitetystä menettelystä III.

Taulukko 10

Esimerkit 30 - 32

Rasvahappojen ketjunpituusjakauman vaikutus 10,2 % saippuaa, 6,84 % FFA:ta. Nämä koostumukset sisältävät myös stabiloivia aineosia (0,2 % ksantaania, 0,5 % KCl:ää, 0,5 % PGE:tä)

	30	**31**	**32**
Aineosa	**Paino-%**	**Paino-%**	**Paino-%**
% C12 FA-kokonaisseoksesta	13,5	100	-
% C14 FA-kokonaisseoksesta	33,5	-	-
% C16 FA-kokonaisseoksesta	24	-	-
% C18 FA-kokonaisseoksesta	29	-	100
Nopeutettu stabiilisuus	hyväks.	hyväks.	hyväks.
Alkuviskositeetti	28 000	15 200	4 000
Kiertoviskositeetti	79 200	740 000	17 200
Käsivaahto	hyvä	melko hyvä	hyvin huono
Titteripiste °C	59,5	44,2	69,6

Esimerkit 30 - 32 on formuloitu kuten esimerkki 2 lukuunottamatta rasvahappoketjuja. Edullista saippuaketjuseos on käytetty esimerkissä 30. Kaikki esimerkit läpäisevät nopeutetun stabiilisuustestin. Kiertostabiilisuutensa vuoksi edullinen on seos, joka sisältää jonkin verran korkeampien rasvahappojen ketjuja ja jonka titteri on noin 59,5 °C. Huomaa, että esimerkit 30 ja 27 ovat samoja, mutta esimerkki 30 sisältää stabilointiaineita, jotka stabiloivat esimerkin kiertoviskositeetin ja nopeutetun stabiilisuuden.

Taulukko 11

Esimerkit 33 - 35

Rasvahappojen ketjunpituusjakauman vaikutus

20,2 % saippuaa, 6,84 % FFA:ta. Nämä koostumukset sisältävät myös stabiloivia aineosia (0,2 % ksantaania, 0,5 % KCl:ää, 0,5 % PGE:tä)

	33	34	35
Aineosa	**Paino-%**	**Paino-%**	**Paino-%**
% C12 FA-kokonaisseoksesta	50	62,5	12,5
% C14 FA-kokonaisseoksesta	-	12,5	12,5
% C16 FA-kokonaisseoksesta	-	12,5	12,5
% C18 FA-kokonaisseoksesta	50	12,5	12,5
Nopeutettu stabiilisuus	hyväks.	hyväks.	hyväks.
Alkuviskositeetti	3 200	13 000	4 400
Kiertoviskositeetti	336 000	210 000	66 800
Käsivaahto	melko hyvä	keskink.	huono
Titteripiste °C	56,9	50,9	63,7

Esimerkit 33 - 35 ovat samat kuin esimerkki 2 lukuunottamatta saippuaketjuja. Kaikki läpäisevät nopeutetun stabiilisuustestin. Kiertostabiilisuutensa vuoksi edullisia ovat seokset, jotka sisältävät korkeampien rasvahappojen ketjuja ja joiden titteri on noin 59,5 °C tai korkeampi.

Esimerkkien 33 ja 35 alkuviskositeettia voidaan lisätä käyttämällä formulaatissa enemmän sakeutinta ja suolaa.

Viitaten alla olevaan taulukkoon 12 valmistetaan vielä 3 nestesaippuaa käyttäen samaa formulaattia, mutta siten, että jodiluvut ovat vastaavasti 11, 8 ja 5 ja titteriarvot vastaavasti 54,8, 55,9 ja 57,4. Ne läpäisevät kaikki nopeutetun stabiilisuustestin ja niiden alku- ja kiertoviskositeetit ovat vastaavasti 24 000 ja 53 000; 5 200 ja 60 800 ja 3 200 ja 36 000.

Taulukko 12

Esimerkit 36 - 39

Tyydyttyneisyyden vaikutus

10,2 % saippuaa, 6,84 % FFA:ta. Esimerkit 35 - 38 sisältävät myös 0,50 % PGE:tä, 0,5 % KCl:ää ja 0,2 % ksantaania

	36	**37**	**38**	**39**
Aineosa	**Paino-%**	**Paino-%**	**Paino-%**	**Paino-%**
Jodiluku	<1,0	14	20	30
Nopeutettu stabiilisuus	hyväks.	hyväks.	hyväks.	hyväks.
Alkuviskositeetti	28 000	29 800	57 600	13 000
Kiertoviskositeetti	79 000	175 000	105 000	26 000
Käsivaahto	hyvä	hyvin huono	hyvin huono	huono

Stabiilisuutta ja vaahtoa ajatellen edullisimmat jodiluvut ovat alle 1. Pienien jodilukujen lisäetuna on se, että ei esiinny tyydyttymättömän kaksoissidoken hapettumisesta johtuvaa eltaantumishajua.

Taulukko 13

Esimerkit 40 - 42

Sakeuttimien vaikutus

10,2 % saippuaa, 6,84 % FFA:ta. Saippuan ja FFA:n suhde 1:0,67

	40	**41**	**42**
Aineosa	**Paino-%**	**Paino-%**	**Paino-%**
Sakeutintyyppi:	Acrysol	hydroksi-etyyliselluloosa	ksantaani
Pitoisuus valmistuotteessa	0,80 %	0,80 %	0,20 %
Nopeutettu stabiilisuus	heikko	heikko	ei-hyväks.
Alkuviskositeetti	58 000	48 000	30 000
Kiertoviskositeetti	140 000	200 000	160 000

Taulukko 13 tukee sitä, että

(1) Sakeuttimet parantavat koostumuksen stabiilisuutta.

(2) Sakeuttimet eivät sinänsä näytä parantavan (ilman elektrolyyttiä)

Taulukko 14

Esimerkit 43 - 45

Ionoitumattomien pinta-aktiivisten aineiden (polyglyseroliesterien) vaikutus

10,2 % saippuaa, 6,84 5 FFA:ta. Saippuan ja FFA:n suhde 1:0,67. Koostumukset sisältävät myös 0,50 % KCl:ää ja 0,2 % ksantaania

	43	**44**	**45**
Aineosa	**Paino-%**	**Paino-%**	**Paino-%**
Ionoitumaton tyyppi:	Caprol ET	Caprol 10G-4-0	Capmul 8210
Pitoisuus valmistuotteessa	0,50 %	0,50 %	0,50 %
Nopeutettu stabiilisuus	hyväks.	hyväks.	hyväks.
Alkuviskositeetti	22 000	26 000	22 000
Kiertoviskositeetti	49 000	31 000	260 000

Caprol ET = sekapolyglyseroliestereitä (HLB = 2,5, ketjunpituudet C_{12}, C_{14}, C_{16}, C_{18}, 6 - 10 glyseroliyksikköä, mp = 2 300).

Caprol 10G-4-0 = dekaglyserolitetraoleaatti (HLB = 6,2, mp = 1 800).

Capmul 8210 = kapryyli/kapriinihapon mono/diglyseridi (HLB = 5,5 - 6,0, sp. = 250).

Taulukko 14 tukee sitä, että

(1) suuremman molekyylipainon (yli noin 1 000) omaavat ionoitumattomat pinta-aktiiviset aineet parantavat kiertoviskositeettia elektrolyytin läsnäollessa.

Leikkausohennuskertoimet

Esim.	Viskositeetti (cP) $1\ s^{-1}$	Viskositeetti (cP) $10\ s^{-1}$	Leikkausohennuskerroin
1B	38 036	4 003	9,5
A	12 800	2 495	5
B	7 450	5 522	1,35
C	4 220	4 734	0,89
D	2 680	3 533	0,76

Esimerkit A, B, C ja D ovat kaupan olevia nestemäisiä kehonpuhdistusaineita, jotka on kaikki pakattu painepumpulla varustettuihin säiliöihin. "A" on DOVE® Beauty Wash, jonka ilmoitetaan olevan "ei-saippua"tuote. "B" on LIQUID IVORY® Soap, joka on K-saippuaan pohjautuva tuote. "C" on Jergens Liquid Soap, joka on synteettiseen pinta-aktiiviseen aineeseen pohjautuva tuote. "D" on Liquid Dial. Esimerkin 1B viskositeetti on hyvin suuri leikkausnopeudella 1 s^{-1}, mutta sen suuri leikkausohennuskerroin (9,5) mahdollistaa sen helpon pumppaamisen paineella toimivasta pumpusta. Esimerkkien B, C ja D leikkausohennuskerroin on pieni ja niiden viskositeetti on siten pieni pumpattavuuden vuoksi.

Käsiteltävänä olevan keksinnön esimerkki 1B on kolme kertaa viskoosimpi kuin DOVE® Beauty Wash ja sen leikkauslaimennuskerroin on noin kaksi kertaa suurempi kuin tuotteen DOVE® Beauty Wash. Viskoosi, suuren leikkauskertoimen omaava tuote on erittäin toivottava sekä pumpattavuutensa että käyttöominaisuuksiensa vuoksi.

Patenttivaatimukset:

1. Hyvin mieto, nestesaippuan muodossa oleva dispersoidinen kehonpuhdistuskoostumus, joka käsittää
(A) noin 5 - noin 20 paino-% kaliumrasvahapposaippuaa;
(B) noin 2,5 - noin 18 % vapaata C_8-C_{22}-rasvahappoa;
(C) noin 55 - noin 90 % vettä ja
(D) noin 0,1 - noin 4 % stabilointiainetta valittuna ryhmästä noin 0,1 - noin 3,0 % elektrolyyttiä ja 0 - noin 2,0 % polymeerisakeutinta ja niiden seokset;
t u n n e t t u siitä, että mainittujen ryhmien (A) ja (B) mainitun rasvahapon jodiluku on välillä nolla ja noin 15 ja titteri (°C) on välillä noin 44 ja noin 70, ja että mainitun saippuan ja mainitun vapaan rasvahapon painosuhde on välillä noin 1: 0,3 ja noin 1: 1 ja että mainitun nesteen alkuviskositeetti on välillä noin 4 000 cP ja noin 100 000 cP 25 °C:ssa ja kiertoviskositeetti välillä noin 10 000 cP ja 100 000 cP 25 °C:ssa.

2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen nestemäinen puhdistuskoostumus, t u n n e t t u siitä, että mainittu koostumus sisältää noin 0, 3 - noin 1 ,5 % mainittua elektrolyyttiä valittuna ryhmästä kaliumkloridi, kaliumasetaatti ja mikä tahansa muu vesiliukoinen yksiarvoinen elektrolyytti ekvimoolisena konsentraationa ja näiden seokset, ja noin 0,1 - noin 1 % mainittua sakeutinta, ja että mainittu jodiluku on alle 10 ja mainittu titteri on noin 50 - noin 70, ja että mainitun nesteen alkuviskositeetti on 10 000 - noin 70 000 cP ja kiertoviskositeetti noin 1 5 000 - noin 90 000 cP, ja että mainittu koostumus sisältää edullisesti elektrolyyttiä pitoisuutena noin 1,4 % ja on valittu ryhmästä kaliumkloridi, kaliumasetaatti ja mikä tahansa muu vesiliukoinen yksiarvoinen elektrolyytti ekvimoolisena konsentraationa ja näiden seokset, ja että mainittu jodiluku on alle 3 ja mainittu titteri on noin 62 - noin 70.

3. Patenttivaatimuksen 1 tai 2 mukainen nestemäinen puhdistuskoostumus, joka käsittää noin 6 - noin 14 paino-% mainittua kaliumsaippuaa ja noin 3 - noin 9 paino-% vapaata rasvahappoa, tunnettu siitä, että mainitun nestekoostumuksen alkuviskositeetti on noin 10 000 - noin 70 000 cP ja kiertoviskositeetti noin 25 000 - noin 80 000 cP.

4. Patenttivaatimuksen 1, 2 tai 3 mukainen nestemäinen puhdistuskoostumus, joka käsittää noin 1 - noin 10 % voimakkaasti vaahtoavaa synteettistä pinta-aktiivista ainetta, t u n n e t t u siitä, että kaliumsaippuan ja vapaan rasvahapon suhde on edullisesti välillä noin 1:0,3 ja noin 1:0,8, ja että mainittu rasvahappo on voimakkaasti tyydyttynyt ja sen jodiluku on välillä nolla ja noin 10, ja että mainittu rasvahappo koostuu alkyyliketjunpituuksista alueella C_8-C_{22}, ja että mainitun rasvahapon titteri on noin 62 - noin 70, ja että mainittu koostumus sisältää noin 2 - noin 6 % voimakkaasti vaahtoavaa synteettistä pinta-aktiivista ainetta.

5. Patenttivaatimuksen 1, 2, 3 tai 4 mukainen nestemäinen puhdistuskoostumus, t u n n e t t u siitä, että mainitun rasvahapon jodiluku on välillä nolla ja 3, ja että mainittu synteettinen pinta-aktiivinen aine on lauroyylisarkosinaatti ja kationit on valittu ryhmästä natrium ja kalium ja näiden seokset, ja että mainitun koostumuksen leikkausohennuskerroin on vähintään 1,5 ja arvoon noin 15 saakka, ja että mainittu rasvahappo koostuu edullisesti ketjunpituuksista alueella C_{12}-C_{18}.

6. Patenttivaatimuksen 1, 2, 3, 4 tai 5 mukainen nestemäinen puhdistuskoostumus, t u n n e t t u siitä, että mainittu koostumus sisältää noin 60 - noin 80 % vettä, noin 6 - noin 14 % mainittua kaliumrasvahapposaippuaa, noin 3 - noin 9 % mainittua vapaata rasvahappoa, ja että mainitun rasvahapon jodiluku on välillä nolla ja 3 ja että mainittu viskositeetti on noin 10 000 - noin 70 000 cP.

7. Patenttivaatimuksen 1, 2, 3, 4, 5 tai 6 mukainen nestemäinen puhdistuskoostumus, t u n n e t t u siitä, että mainittu koostumus on painepumpulla varustetussa säiliössä.

8. Patenttivaatimuksen 1, 2, 3, 4, 5, 6 tai 7 mukainen nestemäinen koostumus, t u n n e t t u siitä, että mainittu koostumus valmistetaan seuraavien vaiheiden avulla:

1. kuumennetaan ja sekoitetaan kaliumrasvahapposaippuan ja vapaan rasvahapon vesiseos stabiiliksi sulaksi;

2. jäähdytetään sula noin huoneenlämpötilaan ja

3. laimennetaan mainittu jäähdytetty sula vedellä, jolloin saadaan mainittu dispersoidinen neste, ja että mainittu vaiheesta 2 saatu jäähdytetty sula on stabiili, ja että mainittu saippua ja mainittu vapaa rasvahappo vaiheessa 1 kuumennetaan edullisesti lämpötilaan välillä noin 75 °C ja noin 90 °C, ja että mainittu menetelmä käsittää ilman poistamisen mainitusta nesteestä.

9. Patenttivaatimuksen 8 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että mainittu jäähdytys suoritetaan nopeudella noin 0,5 °C per minuutti tai hitaammin.

Patentkrav:

1. Synnerligen len, dispersoidal, flytande personrengöringstvålkomposition, k ä n n e t e c k n a d därav, att den omfattar:
(A) ca. 5 - 20 vikt-% kaliumfettsyratvål;
(B) ca. 2,5 - 18 % fri C_{8-22}-fettsyra;
(C) ca. 55 - 90 % vatten; och
(D) ca. 0,1 - 4 % av en stabilisator, vilken valts bland 0,1 - 3,0 av en elektrolyt; och 0 - ca. 2,0 % av ett polymeriskt förtjockningsmedel; och blandningar av dessa; varvid fettsyran i (A) och (B) har ett jodvärde från noll till ca. 15 och en titer (°C) från ca. 44 till ca. 70; och tvålen och den fria fettsyran har ett viktförhållande från ca. 1:0,3 till ca. 1:1 och vätskan har en initiell viskositet från ca. 4,000 cp till ca. 100,000 cp vid 25 °C och en kretsloppsviskositet från ca. 10,000 cp till ca. 100,000 cp vid 25 °C.

2. Flytande rengöringskomposition enligt patentkrav 1, k ä n n e t e c k n a d därav, att kompositionen innehåller ca. 0,3 - 1,5 av elektrolyten, vilken valts bland kaliumklorid, kaliumacetat och en ekvivalent molkoncentration av någon annan vattenlöslig, enkelladdad elektrolyt, jämte blandningar därav; och ca. 0,1 - 1 % av förtjockningsmedlet; och att jodvärdet är mindre än 10 och titern från ca. 50 till ca. 70, varvid vätskan har en initiell viskositet från 10,000 cp till ca. 70,000 cp och en kretsloppsviskositet från ca. 15,000 cp till ca. 90,000 cp; och företrädesvis innehåller kompositionen en elektrolyt i en grad av ca. 1,4 % och den har valts bland kaliumklorid, kaliumacetat och en ekvivalent molkoncentration av någon annan vattenlöslig, enkelladdad elektrolyt, och blandningar därav, varvid jodvärdet är lägre än 3 och titern är ca. 62 - 70.

3. Flytande rengöringskomposition enligt patentkrav 1 eller 2, k ä n n e t e c k n a d därav, att den omfattar ca. 6 - 14 vikt-% kaliumtvål och ca. 3 - 9 vikt-% av den fria fettsyran, och att den flytande kompositionen har en initiell viskositet av ca. 10,000 - 70,000 cp och en kretsloppsviskositet av ca. 25,000 - 80,000 cp.

4. Flytande rengöringskomposition enligt patentkrav 1, 2 eller 3, k ä n n e t e c k n a d därav, att den omfattar ca. 1 - 10 % av ett höglöddrande, syntetiskt, ytaktivt medel; att förhållandet kaliumtvål till fri fettsyra företrädesvis är från ca. 1:0,3 till ca. 1:0,8; att fettsyran är hogmättad och har ett jodvärde från noll till ca. 10; att fettsyran är sammansatt av alkylkedjelängder i området från C_8 till C_{22}; att fettsyran har en titer från ca. 62 till ca. 70; och att kompositionen innehåller ca. 2 - 6 % av ett i högre grad loddrande, syntetiskt, ytaktivt medel.

5. Flytande rengöringskomposition enligt patentkrav 1, 2, 3 eller 4, k ä n n e t e c k n a d därav, att fettsyran har ett jodvärde från noll till 3; att det syntetiska, ytaktiva medlet är lauroylsarkosinat med katjoner som valts bland natrium och kalium, och blandningar därav; att kompositionen har en skärförtunningsfaktor från åtminstone 1,5 upp till ca. 25; att skärförtunningsfaktorn företrädesvis är från ca. 3 till ca, 15; och att fettsyran företrädesvis sammansatts av kedjelängder i området från C_{12} till C_{18}.

6. Flytande rengöringskomposition enligt patentkrav 1, 2, 3, 4 eller 5, k ä n n e t e c k n a d därav, att kompositionen innehåller ca. 60 - 80 % vatten; ca. 6 - 14 % kaliumfettsyratvål; ca. 3 - 9 % fri fettsyra; och att fettsyran har ett jodvärde från noll till 3 och nämnda viskositet är från ca. 10,000 till ca. 70,000 cp.

7. Flytande rengöringskomposition enligt patentkrav 1, 2, 3, 4, 5 eller 6, k ä n n e t e c k n a d därav, att

kompositionen innehålls i en behållare med en tryckmanövrerad pump.

8. Flytande rengöringskomposition enligt patentkrav 1, 2, 3, 4, 5, 6 eller 7, k ä n n e t e c k n a d därav, att kompositionen framställs genom nedanstående steg:

1. uppvärmning och blandning av en vattenhaltig blandning av kaliumfettsyratvål och fri fettsyra för erhållande av en stabil smälta;

2. avkylning av smältan till ungefär rumstemperatur; och

3. utspädning av den avkylda smältan med vatten för erhållande av den dispersoidala vätskan;

varvid den avkylda smältan från steget 2 är stabil; tvålen och den fria fettsyran i steget 1 företrädesvis uppvärms till ca. 75 - 90 °C och förfarandet företrädesvis inkluderar avluftning av den nämnda vätskan.

9. Förfarande enligt patentkrav 8, k ä n n e t e c k n a t därav, att avkylningen utförs med en hastighet av ca. 0,5 °C per minut eller långsammare.