

PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

zveřejněná podle § 31 zákona č. 527/1990 Sb.

(21) Číslo dokumentu:

2003 - 1054

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(22) Přihlášeno: **09.10.2001**

(32) Datum podání prioritní přihlášky: **13.10.2000**

(31) Číslo prioritní přihlášky: **2000/926**

(33) Země priority: **IN**

(40) Datum zveřejnění přihlášky vynálezu: **17.09.2003**
(Věstník č. 9/2003)

(86) PCT číslo: **PCT/EP01/11621**

(87) PCT číslo zveřejnění: **WO02/031099**

(13) Druh dokumentu: **A3**

(51) Int. Cl. ⁷:

C 11 D 17/00

C 11 D 10/04

C 11 D 3/02

(71) Přihlašovatel:

UNILEVER N. V., Rotterdam, NL;

(72) Původce:

Nadakatti Suresh Murigeppa, Bangalore, IN;

Naik Vijay Mukund, Bangalore, IN;

Thomas Shiju, Bangalore, IN;

(74) Zástupce:

Korejzová Zdeňka JUDr., Spálená 29, Praha 1, 11000;

(54) Název přihlášky vynálezu:

Mycí prostředek

(57) Anotace:

Tavně odlévaný mycí prostředek, který si zachovává tuhost alespoň do teploty 40 °C a zahrnuje: (a) 2 až 50 (X_a) % hmotnostních mýdla nasycené mastné kyseliny, zahrnujícího jednu nebo více ze solí C₆-C₂₄ mastných kyselin; (b) 2 až 40 % hmotnostních detergentně aktivních látek; (c) 0,5 až 20 % hmotnostních vysolovacího elektrolytu; a (d) 30 až 80 % hmotnostních vody; přičemž přítomné mýdlo mastné kyseliny vytváří X_a % roztok ve vodě s kapalnou fází o viskozitě menší než 50 Pa.s při stříhové rychlosti 1/s v teplotním rozmezí 50 až 100 °C, vykazuje oddělování fází, přítomnost pevné fáze během ochlazení až na 20 °C a zmíněná pevná fáze je během zahřívání přítomna alespoň do teploty 40 °C. Dalším řešením je způsob výroby výše uvedeného výrobku.

CZ 2003 - 1054 A3

Mycí prostředek

Oblast techniky

Předkládaný vynález se týká poskytnutí vhodného typu a kombinace mastné kyseliny nebo mastných kyselin k vytvoření mýdla pro získání pevných mycích prostředků tvarovaných odléváním taveniny, které obsahují velmi vysoké hladiny vody nebo tekutých přínosných činidel.

Dosavadní stav techniky

Mycí kostky (detergentní tablety) jsou běžně vyráběny jednou ze dvou metod: (i) opracováním pomocí krájení/homogenizací přípravku, po němž následuje protlačování a orážení, nebo (ii) odléváním.

Při výrobě mycích kostek krájením a protlačováním je množství vody, které může být začleněno do přípravku, typicky menší než přibližně 15 %. Tyto systémy jsou vícefázové směsice (kompozity), které vykazují morfologii typu "cihel suspendovaných v maltě". Cihlami jsou pevné částice, kterými jsou v případě toaletních mýdel krystalické sole nasycených mastných kyselin s dlouhými řetězci, anorganická plniva a podobně. Maltou je míněna směs různých lyotropních tekutých krystalických nebo izotropních fází roztoku, které zahrnují vodu, tekuté přídavné látky a poměrně vodou rozpustná mýdla nebo povrchově aktivní látky. Tyto směsi by měly typicky obsahovat 50 až 60 % pevných látek, 20 až 30 % lyotropních tekutých krystalických fází a přibližně 10 % izotropní kapaliny.

Při výrobě mycích prostředků odléváním se formovaný systém uvede do tekoucího stavu zvýšením teploty, naplní se do forem a po té se ochladí. Tato technologie se běžně používá pro výrobu průhledných

osobních mycích tablet (kostek), které obsahují kromě jiných přísad (jako jsou mýdlo a syntetické povrchově aktivní látky) typicky 15 až 50 % nákladných složek, jako jsou ethanol, vícesytné alkoholy, cukry a podobně, přidávaných v době odlévání.

Patent US 4 165 293 (Amway, 1979) a WO 96/04 361 (P&G, 1996) předkládá kostku pevného průhledného mýdla, která obsahuje mýdlo, syntetické povrchově aktivní látky a vodou rozpustné organické rozpouštědlo, například propylenglykol. Hladina vody v těchto prostředcích je typicky přibližně 10 až 32 %.

Při výrobě neprůhledných mýdlových kostek odléváním představuje problém ta skutečnost, že typické prostředky nevytvářejí při zvýšených teplotách nalévatelnou tekutinu. Patent US 5 340 492 (P&G, 1994) nárokuje odlévatelný prostředek mající třírozměrnou skeletovou strukturu, která obsahuje poměrně pevnou, vzájemně propojenou síťovinu neutralizovaných krystalických karboxylových kyselin (mýdla), syntetických povrchově aktivních látek a vysokých hladin vody a jiných tekutin.

Prostředky nárokové v patentu US 5 340 492 budou měkké, vykazující mez průtažnosti menší než 75 kPa, měřeno za použití drátového řezače sýra, a proto nemohou být použity jako tuhé tablety, které by byly dostatečně pevné k běžnému držení v ruce při použití. Pro zvýšení pevnosti kostky se v příkladech tohoto patentu používají přísady jako jsou polyoly (například propylenglykol), které jsou uváděny jako "čínidla napomáhající vzhledu kostky". Tento patent neposkytuje žádný prostředek, v němž by nebyla začleněna čínidla napomáhající vzhledu kostky, přičemž v prostředku jsou rovněž přítomné syntetické povrchově aktivní látky. Tato čínidla napomáhající vzhledu kostky jsou nákladná a rovněž snižují množství pěny a rychlost jejího vytváření.

V současně podávané patentové přihlášce autorů zde předkládaného vynálezu (717/Bom/99) bylo uvedeno, že začlenění malých množství vysolovacích elektrolytů do tavně odlévaných mycích prostředků obsahujících mýdlo mastné kyseliny, detergentní aktivní látku a velmi vysoká množství vody nebo tekutých přínosných činidel poskytuje tuhé, pevně tvarované kostky, vykazující mez průtažnosti větší než 75 kPa, měřeno za pomoci drátové řezačky sýrů. Tyto prostředky mohou být drženy v ruce, jsou úsporné, vysoce pění a vykazují dobré vlastnosti při používání. Mýdlem mastné kyseliny podle výše zmíněné přihlášky vynálezu je mýdlo jedné nebo více z neutralizovaných C_6 - C_{24} mastných kyselin.

Všechny kombinace neutralizovaných mastných kyselin, zvolené k vytvoření mýdla pro začlenění do mycích kostek, neposkytnou při ochlazení v průběhu odlévání ze zvýšených teplot na teploty místnosti v rozmezí od 20 do 35 °C pevný výrobek. Je proto nezbytné optimalizovat kombinaci mýdla mastné kyseliny pro získání mycí kostky s dostatečnou tuhostí při teplotách místnosti, tak, aby mohla být příhodně uchopena během použití. Dále je zásadní to, že si kostka udržuje tvrdost i při přirozených teplotách okolí, obecně se projevujících během skladování a transportu.

Podstata vynálezu

Předmětem tohoto vynálezu je poskytnutí požadované kombinace mastných kyselin k vytvoření mýdla v tavně odlévaných mycích prostředcích ve formě kostek, které obsahují velmi vysoké hladiny vody nebo tekutých přínosných činidel, takže mycí prostředky vytvářejí tuhé tablety při teplotách vyšších než 20 °C a uchovávají si tuhost alespoň do teploty 40 °C.

Tento vynález se tedy týká tavně odlévaných pevných tvarovaných mycích prostředků, které vytvářejí tuhý výrobek při teplotách vyšších než 20 °C, uchovávají si tuhost alespoň do teploty 40 °C a obsahují:

- (a) 2 až 50 (X_a) % hmotnostních mýdla nasycené mastné kyseliny, zahrnujícího jednu nebo více ze solí C_6 - C_{24} mastných kyselin,
- (b) 2 až 40 % hmotnostních detergentně aktivních látek,
- (c) 0,5 až 20 % hmotnostních vysolovacího elektrolytu, a
- (d) 30 až 80 % hmotnostních vody a volitelně dalších tekutých přínosných činidel,

přičemž nasycené mýdlo, zahrnující jednu nebo více ze solí C_6 - C_{24} mastných kyselin, je charakterizováno tím, že jeho (X_a)% roztok ve vodě vytváří kapalnou fázi o viskozitě menší než 50 Pa.s při stříhové rychlosti 1/s v teplotním rozmezí 50 až 100 °C, vykazuje oddělování fází, přítomnost pevné fáze během ochlazení až na 20 °C a zmíněná pevná fáze je během zahřívání přítomna alespoň do teploty 40 °C.

Ochlazení nebo zahřátí k prokázání pevné fáze se provádí s výhodou rychlostí od 0,1 °C/minutu do 10 °C/minutu a výhodněji rychlostí 1 °C/minutu. Přítomnost pevné fáze se s výhodou prokazuje za použití techniky nukleární magnetické rezonance s nízkým pozadím či polem (low field NMR), kde pevná fáze vykazuje Gaussův rozpad s konstantou doby relaxace $T_2 < 15 \mu s$. V průběhu používání této techniky nukleární magnetické rezonance k prokázání pevné fáze se upřednostňuje ekvilibrace vzorku (uvedení do rovnovážného stavu) při teplotě detekce po dobu 30 minut.

Přednost se dává tomu, aby detergentně aktivní látka byla převážně nemýdelná.

Podle jiného aspektu tohoto vynálezu je zde poskytnut způsob výroby pevného tvarovaného mycího prostředku, který obsahuje kroky, při nichž se:

- (a) zvolí mýdlo mastné kyseliny, zahrnující jednu nebo více ze solí C_6-C_{24} mastných kyselin, takže roztok mýdla ve vodě vytváří kapalnou fázi o viskozitě menší než 50 Pa.s při stříhové rychlosti 1/s v teplotním rozmezí 50 až 100 °C, vykazuje oddělování fází, přítomnost pevné fáze během ochlazení až na 20 °C a zmíněná pevná fáze je přítomna během zahřívání alespoň do teploty 40 °C;
- (b) smíchá uvedené mýdlo mastné kyseliny s 2 až 40 % detergentně aktivních látek, 0,5 až 20 % vysolovacího elektrolytu a 30 až 80 % vody a volitelně dalšími tekutými přínosnými činidly;
- (c) směs kroku (b) se roztaví;
- (d) uvedená tavenina se nalije do formy k získání požadovaného tvaru;
a
- (e) forma se ochladí za klidových podmínek k dosažení ztuhnutí.

Podle upřednostňovaného aspektu předkládaného vynálezu je zde poskytnut způsob výroby "odlívání v obalu" (cast-in-pack) pevného tvarovaného mycího prostředku, který zahrnuje kroky, při nichž se:

- (a) zvolí mýdlo mastné kyseliny zahrnující jednu nebo více ze solí C_6-C_{24} mastných kyselin, takže roztok mýdla ve vodě vytváří kapalnou fázi o viskozitě menší než 50 Pa.s při stříhové rychlosti 1/s v teplotním rozmezí 50 až 100 °C, vykazuje oddělování fází, přítomnost pevné fáze během ochlazení až na 20 °C a zmíněná pevná fáze je přítomna během zahřívání alespoň do teploty 40 °C;
- (b) smíchá uvedené mýdlo mastné kyseliny s 2 až 40 % detergentně aktivních látek, 0,5 až 20 % vysolovacího elektrolytu a 30 až 80 % vody a volitelně dalšími tekutými přínosnými činidly;

- (c) směs kroku (b) se roztaví a vlije se do předem vytvořené polymerní formy k získání požadovaného tvaru;
- (d) forma se uzavře; a
- (e) forma se ochladí za klidových podmínek k dosažení ztuhnutí.

Předkládaný vynález se týká tavně odlévaných pevných tvarovaných mycích prostředků, které zejména obsahují vybrané mýdlo mastné kyseliny zahrnující jednu nebo více ze solí C_6 - C_{24} mastných kyselin, takže roztok mýdla ve vodě vytváří kapalnou fázi o viskozitě menší než 50 Pa.s při stříhové rychlosti 1/s v teplotním rozmezí 50 až 100 °C, vykazuje oddělování fází, přítomnost pevné fáze během ochlazení až na 20 °C a zmíněná pevná fáze je přítomna během zahřívání alespoň do teploty 40 °C. Ochlazení nebo zahřátí k prokázání pevné fáze se s výhodou provádí rychlostí 0,1 °C/minutu až 10 °C/minutu a lépe rychlostí 1 °C/minutu. Přítomnost pevné fáze se s výhodou prokazuje za použití techniky nukleární magnetické rezonance s nízkým polem, kde pevná fáze vykazuje Gaussův rozpad s konstantou doby relaxace $T_2 < 15 \mu s$. V průběhu používání techniky nukleární magnetické rezonance s nízkým polem k prokázání pevné fáze se upřednostňuje ekvilibrace vzorku při teplotě detekce po dobu 30 minut.

Pevné tvarované kostky prostředku podle vynálezu jsou dostatečně tuhé k tomu, aby byly příhodně uchopeny do ruky, jsou úsporné, vysoce pěnlivé a vykazují dobré vlastnosti při použití. Prostředky rovněž vykazují hodnoty meze průtažnosti větší než 75 kPa, měřeno automatickým penetrometrem.

Mýdlo mastné kyseliny

Mýdlo nasycené mastné kyseliny je s výhodou zvoleno z jedné nebo více ze solí nasycených C_6 - C_{24} mastných kyselin. Použitým mýdlem

může být sodná, draselná, hořečnatá, hlinitá, vápenatá nebo lithná sůl nasycených mastných kyselin. Zvláště se upřednostňuje mýdlo, získané jako sodná nebo draselná sůl nasycené mastné kyseliny.

Mýdlo nasycené mastné kyseliny představuje v prostředku s výhodou 5 až 50 % hmotnostních a ještě výhodněji 5 až 40 % hmotnostních.

Viskozita systému mýdlo-voda se v teplotním rozmezí od 50 do 100 °C měří za použití rheometru Carri-Med (model CSL 500 od firmy TA Instruments) při stříhové rychlosti 1/s. Měření viskozity se provádějí při ustáleném stavu toku za použití konfigurace kuželu a desky o průměru 2 cm a rozměrech 1 stupeň 58 minut se zkomolením 55 μm , spolu s jímačem rozpouštědla.

Tavenina systému mýdlo-voda se při zvýšené teplotě ochladí na teplotu až do 20 °C ke stanovení teploty, při níž dochází k oddělování fází a vytváření pevné fáze. Po té se systém zahřeje k povrzení toho, že zmíněná pevná fáze je při zahřívání přítomna alespoň do teploty 40 °C. Přítomnost pevné fáze prokazuje použitím nukleární magnetické rezonance s příslušenstvím pro nastavitelnou teplotu, přičemž zmíněná pevná fáze vykazuje Gaussův rozpad s konstantou doby relaxace $T_2 < 15 \mu\text{s}$. K tomu se používá postup popsany M. Sureshem Nadakattim: "Modified Data Handling for Rapid Low Field NMR Characterisation of Lyotropic Liquid Crystal Composites"; J. Surfactants and Detergents, díl 2., č. 4, stránky 515-521, 1999.

Detergentně aktivní látky

Prostředky podle předkládaného vynálezu obsahují detergentně aktivní látky, které mohou být mýdelné nebo nemýdelné. Přednost se

dává použití nemýdelných detergentně aktivních látek, které jsou zvoleny z aniontových, neiontových, kationtových, amfoterních nebo zwitteriontových povrchově aktivních látek nebo jejich směsí.

Vhodnými aniontovými detergentně aktivními sloučeninami jsou vodou rozpustné sole produktů organické sulfatační reakce, které mají v molekulové struktuře alkylový radikál, obsahující 8 až 22 uhlíkových atomů a radikál zvolený z esterových radikálů kyseliny sulfonové nebo kyseliny sírové a ze směsí takových látek. Některé příklady syntetických aniontových, detergentně aktivních sloučenin jsou rovný alkybenzensulfonát, sodný laurylsulfát, sodný laurylethersulfát, alfaolefinsulfonát, alkylethersulfát, methylestersulfonát s dlouhým alifatickým řetězcem, alkylisethionát a podobně.

Kationty, které jsou nejvhodnější pro výše uvedené druhy detergentně aktivních sloučenin, jsou sodný, draselný, amonný kation a různé aminy, například monoethanolamin, diethanolamin a triethanolamin.

Vhodné neiontové detergentně aktivní sloučeniny mohou být široce popsány jako sloučeniny, vytvářené kondenzací alkylenoxidových skupin, které jsou hydrofilní povahy, s organickou hydrofobní sloučeninou, jež může být alifatické nebo alkylaromatické povahy. Běžnými neiontovými povrchově aktivními látkami jsou kondenzační produkty alifatických alkoholů, mající 8 až 22 uhlíkových atomů v uspořádání rovného nebo rozvětveného řetězce s ethylenoxidem, jako je kondenzát kokosového oleje s ethylenoxidem, mající 2 až 15 mol ethylenoxidu na mol kokosového alkoholu. Některými příklady neiontových povrchově aktivních látek jsou ethylenoxidový (EO) kondenzát alkylfenolu, 10 EO kondenzát lojového alkoholu, alkylmethylaminoxidy, laurylmonoethanolamid, cukerné estery a podobně.

Některými příklady amfoterní detergentně aktivní sloučeniny jsou kokosový amidopropylbetain, kokosový betain a podobně.

Volitelně je do prostředků podle předkládaného vynálezu rovněž možné začlenit kationtové nebo zwitteriontové detergentně aktivní sloučeniny.

Další příklady vhodných detergentně aktivních sloučenin jsou uvedeny v následujících dobře známých učebnicích: (i) "Surface Active Agents", díl 1 autorů Schwartz a Perryho, (ii) "Surface Active Agents and Detergents", díl 2 autorů Schwartz, Perryho a Berche, (iii) "Handbook of Surfactants", M. R. Porter, Chapman and Hall, New York, 1991.

Detergentně aktivní sloučeninou, která má být použita v mycím prostředku podle tohoto vynálezu, je s výhodou aniontová detergentně aktivní sloučenina a obecně bude představovat do 50 % a lépe od 2 do 30 %.

Vysolovací elektrolyty

Vysolovací elektrolyty pro použití v tomto prostředku jsou zvoleny z těch, které jsou uvedeny v kategorii "Hofmeister" nebo v kategorii "lyotropní". Vysolovací elektrolyty jsou obecně ty, u nichž je lyotropní číslo pro anion elektrolytu větší než 10. Některými příklady aniontů s lyotropním číslem větším než 10 jsou NO_2^- , ClO_3^- , Br^- , NO_3^- , ClO_4^- , I^- , CNS^- , $\text{C}_6\text{H}_5\text{SO}_3^-$, $\text{C}_6\text{H}_4\text{CH}_3\text{SO}_3^-$ a $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$. Upřednostňovanými příklady vysolovacích elektrolytů pro použití v prostředcích podle předkládaného vynálezu jsou sole alkalických kovů výše uvedených aniontů. Nejupřednostňovanějšími příklady vysolovacích elektrolytů pro použití v prostředcích podle předkládaného vynálezu jsou toluensulfonát sodný, kumensulfonát sodný a xylensulfonát sodný.

Další příklady vysolovacích elektrolytů mohou být zvoleny z těch, které jsou popsány v práci (i) K. D. Collinse a M. W. Washabaugh, Quart. Rev. Biophys. 18, 323, 1985; (ii) P. Schustera, G. Zundela a C. Sandorfyho, "The Hydrogen Bond", Recent developments in theory and experiments, díl 3, North-Holland Publishing Co, Amsterdam, New York, Oxford, 1976.

Tekutá přínosná činidla

Podle upřednostňovaného aspektu tohoto vynálezu jsou v prostředku začleněny tekuté materiály přínosné pro pokožku, jako jsou zvlhčovačla, změkčovačla, látky chránící proti slunečnímu záření a sloučeniny působící proti stárnutí. Příklady zvlhčovačel a smáčedel zahrnují polyoly, glycerol, cetylalkohol, Carbopol 934, ethoxylovaný ricinový olej, parafinové oleje, lanolin a jeho deriváty. Začleněny mohou být rovněž silikonové sloučeniny jako silikonové povrchově aktivní látky, například DC3225C (od firmy Dow Corning) a/nebo silikonová změkčovačla, silikonové oleje (DC-200 od Dow Corning). Látkami chránícími proti slunečnímu záření mohou být 4-terciární butyl-4'-methoxydibenzoylmethan (dostupný pod obchodním názvem PARSOL 1789 od firmy Givaudan) a/nebo 2-ethylhexylmethoxycinnamát (dostupný pod výrobním názvem PARSOL MCX od firmy Givaudan), či jiné sloučeniny chránící před zářením UV-A a UV-B.

Volitelné přísady

Do prostředku podle tohoto vynálezu mohou být začleněny další volitelné přísady, jako jsou vlasové kondicionery, plniva, barvivo, parfém, zneprůhledňující látka, konzervační látky, jeden nebo více z vodou nerozpustných částicových materiálů jako je talek, kaolin, polysacharidy a další běžné přísady.

Způsob

Způsob výroby pevných tvarovaných mycích prostředků podle předkládaného vynálezu zahrnuje následující kroky, v nichž se:

- (a) zvolí mýdlo mastné kyseliny zahrnující jednu nebo více ze solí C_6 - C_{24} mastných kyselin, takže roztok mýdla ve vodě vytváří kapalnou fázi o viskozitě menší než 50 Pa.s při stříhové rychlosti 1/s v teplotním rozmezí 50 až 100 °C, vykazuje oddělování fází, přítomnost pevné fáze během ochlazení až na 20 °C a zmíněná pevná fáze je přítomna během zahřívání alespoň do teploty 40 °C;
- (b) smíchá uvedené mýdlo mastné kyseliny s 2 až 40 % detergentně aktivních látek, 0,5 až 20 % vysolovacího elektrolytu a 30 až 80 % vody a volitelně dalšími tekutými přínosnými činidly;
- (c) směs kroku (b) se roztaví;
- (d) uvedená tavenina se nalije do formy k získání požadovaného tvaru;
a
- (e) forma se ochladí za klidových podmínek k dosažení ztuhnutí.

Forma může být vhodně zvolena tak, aby byly vytvářeny tablety téměř čistého tvaru nebo kostky/bločky. Kostky/bločky mohou být dále tvarovány na kusové mýdlo.

Pokud je pevné kusové mýdlo vyráběno za použití termoformovaného polymeru téměř čistého tvaru, forma se s výhodou uzavře k získání mycího prostředku odlévaného v obalu. K získání mycího prostředku odlévaného v obalu se forma s výhodou uzavře bezprostředně po jejím naplnění.

Vynález bude nyní ozřejmen s ohledem na následující příklady, na které se neomezuje.

Příklady provedení vynálezu

Příklad 1

Prověřování (screening) směsi mýdla mastné kyseliny pro výrobu mycího prostředku

Několik směsí mýdla a vody, kde mýdlo bylo získáno ze směsi kyseliny laurové (C_{12}), kyseliny myristové (C_{14}), kyseliny palmitové (C_{16}) a kyseliny stearové (C_{18}) bylo umístěno do baněk s kulatým dnem o objemu 2 litrů. Poměr mýdel mastných kyselin byl obměňován tak, jak je uvedeno v Tabulce 1.

Teplota dávky byla zvýšena a udržována na 80 °C k získání nalévatelné kapaliny, která by měla viskozitu přibližně 10 Pa.s při stříhové rychlosti 1/s.

Nukleární magnetická rezonance s nízkým polem

Technika nukleární magnetické rezonance s nízkým polem byla použita k prokázání přítomnosti pevné fáze v systémech mýdlo-voda. Pevná fáze vykazuje Gaussův rozpad s konstantou relaxační doby $T_2 < 15 \mu\text{s}$.

Nukleární magnetická rezonance s nízkým polem, použitá k těmto studiím, byla zprostředkována zařízením M/s Resonance Instruments, Velká Británie (model MARAN 25). Tento přístroj měl následující charakteristiky: (i) 600 W vysílač, který produkoval 90 ° pulsy o přibližně 2 μs a (ii) 5 MHz digitalizátor, který umožňoval shromáždění dvou referenčních bodů v 1 μs . Přítomnost pevné fáze v systémech mýdlo-voda byla prokazována postupem podle následujícího odkazu: M.

Suresh Nadakatti: "Modified Data Handling for Rapid Low Field NMR Characterisation of Lyotropic Liquid Crystal Composites"; J. Surfactants and Detergents, díl 2., č. 4, stránky 515-521, 1999.

Roztavený systém mýdlo-voda byl vložen do zkumavky pro NMR o průměru 10 mm. Tato zkumavka byla umístěna do vzorkové komory zařízení pro NMR s nízkým polem. Teplota byla za použití vybavení přístroje pro nastavitelnou teplotu zvýšena na 80 °C. Poté byl systém ochlazován v intervalech po 5 °C na teplotu do 20 °C, přičemž byl při každé teplotě ekvilibrován (uveden do rovnovážného stavu) po dobu 30 minut. Teplota, při níž nastává oddělování fází a vytváří se pevná fáze, byla zaznamenána. Poté byl systém opět zahřát k ověření toho, že uvedená pevná fáze je přítomna během zahřívání alespoň do teploty 40 °C.

Tabulka 1

složky (% hmotn.)	příklad							
	1a	2a	3a	4a	5a	6a	7a	8a
stearát sodný (C18)	16	18	28	4	2	2,7	6,3	-
laurát sodný (C12)	4	2	2	16	18	12	4	5
palmitát sodný (C16)	-	-	-	-	-	3,3	7,7	-
myristát sodný (C14)	-	-	-	-	-	-	-	25
voda	80	80	70	80	80	82	82	70
nalévatelnost při 80 °C	ano	ano	ne	ano	ano	ano	ano	ano
teplota vzniku pevné fáze během chlazení (°C)	55	60	60	0	5	20	50	50
teplota, do níž je přítomna pevná fáze během zahřívání (°C)	60	60	60	30	35	35	55	60

Údaje, předkládané v Tabulce 1, ukazují, že pouze v příkladech 1a, 2a, 7a a 8a byly nalévatelnost, teplota při níž se vytváří pevná fáze během chlazení a teplota, do níž je přítomna pevná fáze během zahřívání, ve shodě s předkládaným vynálezem.

Příklad 2

Způsob výroby kostkového mýdla

Na základě screeningu (prověřování), popsaného v Příkladu 1, byly směsi mastných kyselin, odpovídající příkladům 1a až 8a, vloženy do baněk s kulatým dnem o objemu 2 l a smíchány s nemýdelnými detergentně aktivními sloučeninami, jako jsou alfaolefinsulfonát (AOS) nebo sodný laurylethersulfát (SLES), s vysolovacím elektrolytem jako je toluensulfonát sodný (STS) a vodou, jak je popsáno níže v Tabulce 2. Teplota dávek byla zvýšena na 80 °C. Ke směsím byl přidán vodný roztok hydroxidu sodného k neutralizování mastných kyselin. Teplota dávek byla udržována na 80 °C tak, aby byl získán čirý roztok. Tavenina mycího prostředku byla při teplotě 80 °C vlita do termoformovaných polymerních forem a vstupní otvor každé formy byl uzavřen. Formy byly ponechány zchladnout ke ztuhnutí mýdla a tím byly získány detergentní (mycí) tablety odlévané v obalu.

Tuhost vyrobených kostek byla stanovována pomocí meze průtažnosti níže popsaným postupem.

Měření meze průtažnosti

Detergentní (mycí) tablety byly vloženy termostatů, nastavených na 25 °C a 40 °C a byly ponechány ekvilibrovat po dobu 4 hodin. Mez průtažnosti tablet při 25 °C a při 40 °C byla měřena pomocí automatického penetrometru níže popsaným postupem.

Automatickým penetrometrem, použitým k měření meze průtažnosti, byl model PNR 10 od firmy M/s Petrotest Instruments GmbH. Pro měření byl použit standardní dutý kužel (díl č. 18/0101, podle ASTM D 217 - IP 50) spolu s razníkem (díl č. 18-0042). Kužel sestával z mosazného kuželového těla s oddělitelnou špičkou ze ztužené ocele. Celková hmotnost kuželu byla 102,5 g. Celková hmotnost pohyblivého razníku byla 47,5 g. Celková hmotnost kuželu razníku, vrážející do detergentní tablety, tedy činidla 150 g. Rovněž byla použita přídatná závaží 50 a 100 g (upravující celkovou hmotnost narážející na vzorek na 200 g a 250 g). Hodnoty meze průtažnosti vzorku byly při teplotách 25 °C a 40 °C měřeny za použití standardního postupu, zahrnujícího následující kroky:

1. Detergentní (mycí) tableta byla umístěna na stolek penetrometru.
2. Měřicí zařízení penetrometru bylo sníženo tak, že se špička penetrometru dotýkala tablety, aniž by do ní pronikala.
3. Samotné měření bylo zahájeno stlačením tlačítka "start".
4. Hloubka proniknutí byla odečítána v milimetrech podle ukazatele.
5. Naměřená hodnota hloubky proniknutí byla použita k výpočtu meze průtažnosti detergentní tablety za použití následující rovnice:

$$\begin{aligned} \text{mez průtažnosti} &= \text{vynaložená síla} / \text{plánovaná plocha kuželu} \\ &= (m \times g) \times 10^3 / [\pi (p \operatorname{tg} 1/2 \theta + 1/2 \text{ prům. špičky})^2] \end{aligned}$$

kde

mez průtažnosti je udána v kPa

m: celková hmotnost narážející na plochý povrch kostky (tablety) v kg

g: zrychlení udělené gravitací v metrech/s²

p: dosažené proniknutí v mm

q: sklon kužele (30 stupňů)

průměr špičky = 0,359 mm

Podle výše uvedené rovnice je při naměřené hloubce proniknutí menší než 10 mm po použití celkové hmotnosti 200 g narážející do vzorku mez průtažnosti detergentní (mycí) tablety větší než 75 kPa. Pro celkovou hmotnost narážející na detergentní tabletu 150 g, 200 g a 250 g byly vypočítány 3 hodnoty meze průtažnosti a průměr těchto 3 hodnot byl brán jako mez průtažnosti detergentní (mycí) tablety.

Tabulka 2

složky (% hmotn.)	příklad							
	1b	2b	3b	4b	5b	6b	7b	8b
stearát sodný (C18)	16	18	28	4	2	2,7	6,3	-
laurát sodný (C12)	4	2	2	16	18	12	4	5
palmitát sodný (C16)	-	-	-	-	-	3,3	7,7	-
myristát sodný (C14)	-	-	-	-	-	-	-	25
SLES	5	5	8	5	5	8	-	-
AOS	-	-	-	-	-	-	8	-
kokosový betain	-	-	-	-	-	-	-	8
STS	2	2	3	2	2	3	3	2
voda	73	73	59	73	73	71	71	60
mez průtažnosti (kPa), 25 °C	252	363	< 75	kap.	kap.	kap.	132	481
mez průtažnosti (kPa), 40 °C	186	158	< 75	kap.	kap.	kap.	80	343

Údaje předložené v Tabulce 2 ukazují, že pouze pokud systém mýdlo-voda odpovídá tomuto vynálezu, bude takový systém vytvářet mycí kostky, které tuhnou a poskytují výrobky tuhé při ochlazení během odlévání na teploty větší než 20 °C a zachovávají si tuhost alespoň do teploty 40 °C. To je potvrzeno údaji o mezi průtažnosti mycích kostek

(příklady 1b, 2b, 7b a 8b), které vykazují hodnoty větší než 75 kPa, pokud je nalezený systém mýdlo-voda v souhlasu s vynálezem (příklady 1a, 2a, 7a a 8a). Pokud systém mýdlo-voda neodpovídá požadavkům porovňování (screeningu), detergentní (mycí) produkt vyrobený za použití takového mýdla nebude tuhé kostky vytvářet.

Zastupuje:

PATENTOVÉ NÁROKY

1. Tavně odlévaný mycí prostředek zachovávající si tuhost alespoň do teploty 40 °C, v y z n a č u j í c í s e t í m, že obsahuje:

- (a) 2 až 50 (X_a) % hmotnostních mýdla nasycené mastné kyseliny, zahrnujícího jednu nebo více ze solí C_6 - C_{24} mastných kyselin,
- (b) 2 až 40 % hmotnostních detergentně aktivních látek,
- (c) 0,5 až 20 % hmotnostních vysolovacího elektrolytu, a
- (d) 30 až 80 % hmotnostních vody;

přičemž přítomné mýdlo mastné kyseliny vytváří X_a % roztok ve vodě s kapalnou fází, mající viskozitu menší než 50 Pa.s při stříhové rychlosti 1/s v teplotním rozmezí 50 až 100 °C, vykazuje oddělování fází, přítomnost pevné fáze během ochlazení až na 20 °C a zmíněná pevná fáze je během zahřívání přítomna alespoň do teploty 40 °C.

2. Tavně odlévaný mycí prostředek podle nároku 1, v y z n a č u j í c í s e t í m, že detergentně aktivní látkou je nemýdelná detergentně aktivní látka, zvolená z iontových, neiontových, kationtových, amfoterních nebo zwitteriontových povrchově aktivních látek nebo směsí takových látek.

3. Tavně odlévaný mycí prostředek podle nároku 1 nebo 2, v y z n a č u j í c í s e t í m, že mýdlem mastné kyseliny je sodná, draselná, hořečnatá, hlinitá, vápenatá nebo lithná sůl nasycené C_6 - C_{24} mastné kyseliny.

4. Tavně odlévaný mycí prostředek podle kteréhokoliv z nároků 1 až 3, v y z n a č u j í c í s e t í m, že vysolovací elektrolyt má lyotropní číslo pro aniont menší než 10.

5. Tavně odlévaný mycí prostředek podle nároku 4, v y z n a č u - j í c í s e t í m, že vysolovací elektrolyt je sůl alkalického kovu, jejíž aniont je zvolen z NO_2^- , ClO_3^- , Br^- , NO_3^- , ClO_4^- , I^- , CNS^- , $\text{C}_6\text{H}_5\text{SO}_3^-$, $\text{C}_6\text{H}_4\text{CH}_3\text{SO}_3^-$ nebo $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$.

6. Tavně odlévaný mycí prostředek podle kteréhokoliv z předcházejících nároků 1 až 3, v y z n a č u j í c í s e t í m, že prostředek dále obsahuje tekuté přínosné činidlo.

7. Tavně odlévaný mycí prostředek podle nároku 6, v y z n a č u - j í c í s e t í m, že tekuté přínosné činidlo je zvoleno ze zvlhčovadel, změkčovadel, látek chránících proti slunečnímu záření nebo sloučenin působících proti stárnutí.

8. Způsob výroby tavně odlévaného, pevně tvarovaného mycího prostředku, v y z n a č u j í c í s e t í m, že zahrnuje kroky, v nichž se:

- (a) zvolí mýdlo mastné kyseliny zahrnující jednu nebo více ze solí C_6 - C_{24} mastných kyselin, takže roztok mýdla ve vodě vytváří kapalnou fázi o viskozitě menší než 50 Pa.s při stříhové rychlosti 1/s v teplotním rozmezí 50 až 100 °C, vykazuje oddělování fází, přítomnost pevné fáze během ochlazení až do 20 °C a zmíněná pevná fáze je přítomna během zahřívání alespoň do teploty 40 °C;
- (b) smíchá uvedené mýdlo mastné kyseliny s 2 až 40 % detergentně aktivních látek, 0,5 až 20 % vysolovacího elektrolytu a 30 až 80 % vody;
- (c) směs kroku (b) se roztaví;
- (d) tavenina se nalije je formy k získání požadovaného tvaru; a
- (e) forma se ochladí za klidových podmínek k dosažení ztuhnutí.

9. Způsob výroby podle nároku 8, v y z n a č u j í c í s e t í m, že krok (b) dále zahrnuje přidání tekutého přínosného činidla.

23.06.03
PV 2003-1054

- 20 -

10. Pevně tvarovaný mycí prostředek, vyznačující se tím, že je vyroben způsobem podle nároku 8 nebo 9.

Zastupuje: