

(19)



SUOMI - FINLAND

(FI)

PATENTTI- JA REKISTERIHALLITUS

PATENT- OCH REGISTERSTYRELSEN

FINNISH PATENT AND REGISTRATION OFFICE

(10) FI 934002 A7

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

(21) Patentihakemus - Patentansökan - Patent application **934002**

(51) Kansainvälinen patenttiluokitus - Internationell patentklassifikation -
International patent classification
C11D 9/00

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

(23) Saapumispäivä - Ankomstdag - Reception date **13.09.1993**

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig - Available to the public **13.09.1993**

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

(86) Kansainvälinen hakemus - **30.01.1992 PCT/US1992/000689**
Internationell ansökan - International
application

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

13.03.1991 US 668578

(71) Hakija - Sökande - Applicant

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

(72) Keksijä - Uppfinnare - Inventor

1 • Redd, Bruce Lawrence, USA, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)
2 • Walker, Eddie Charles, USA, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)
3 • Hare, Robert Edgar, USA, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)
4 • Niederbaumer, Donald Aaron, USA, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)
5 • Dunbar, James Charles, USA, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)
6 • Bakken, Theresa Anne, USA, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)

(74) Asiamies - Ombud - Agent

Kolster Oy Ab, Salmisaarenaukio 1, 00180 Helsinki

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

Henkilökohtaiseen hygieniaan tarkoitettu mieto saippuatanko, jolla on alhainen pH

Mild tvålstång med lågt pH för personlig hygien

Alhaisen pH-arvon mieto henkilökohtainen pesupalasaippua

Tekninen ala

5 Tämä keksintö koskee mietoja henkilökohtiasia pesu-
palasaippuoita ja menetelmiä niiden valmistamiseksi.

Keksinnön tausta

10 Henkilökohtaisesta peseytymisestä miedoilla pinta-
aktiivisilla pesusaippuavalmisteilla on tullut suuren mie-
lenkiinnon kohde. Tällaisten palasaippuoiden prosessoita-
vuudesta on myös tullut suuren mielenkiinnon kohde. Täl-
laisten palasaippuoiden suopautuvuusominaisuuksista on
tullut vielä suuremman mielenkiinnon kohde.

15 Eräitä ongelmia, jotka liittyvät mietoihin pala-
saippuihin, jotka koostuvat synteettisistä pesuaineista,
ovat palasaippuan prosessoitavuus, kiinteytys, suopautuvuus
ja mietous. Tällaisten palasaippuoiden kokoonpanoon liit-
tyvät ongelmat eivät rajoitu valmiiden palasaippuoiden
suorituskykyongelmiin. Useimpia palasaippuoita, jotka val-
mistetaan käyttäen tiettyjä mietoja pinta-aktiivisia ai-
20 neita, on erittäin vaikea valmistaa.

Sitävastoin suhteellisen puhtaiden "saippua"-pa-
lojen valmistaminen on hyvin koettu tekninen menettely,
johon sisältyy valssaus, tankopuristus ja valu. Kookos/ta-
lisaippuasta tulee melko muovailtava lämmitettynä ja se
25 voidaan helposti tankopuristaa ja valaa suhteellisen al-
haisilla paineilla.

Useimmista synteettisistä pesuaineista ja pesuaine-
täyteaineyhdistelmistä ei tule muovailtavia ja valmistus-
koneisto on suunniteltava erityisesti niitä varten. Kts.
30 US-patenttijulkaisu 2 678 921, J.A.V. Turck, Jr., julkais-
tu 18. toukokuuta 1954.

Ihanteellisen prosessoinnin tulisi olla nopea ja
ongelmaton mitä tulee ihopalasaippuan valssaukseen, tanko-
puristukseen ja valuun. Useimmat miedon palasaippuan pro-
35 sessorinneista ovat tässä suhteessa puutteellisia.

Saippua-synteettispohjaisten palasaippuoiden kehitys juontaa juurensa toiseen maailmansotaan. US-patenttijulkaisussa 2 432 169, Hoyt, kuvataan palasaippuaa, jossa on saippuaa ja alkyylilentseenisulfonaattia aktiivisina aineosina ja huomattava määrä maissitärkkelystä sideaineena; ja U.S. patentissa nro 2 988 511, Mills ja Korpi, julkaistu 13. kesäkuuta 1961 kuvataan vaahtoamatonta palasaippuaa, joka sisältää alkyyliglyseryylieetterisulfonaattia, natrium- ja magnesiumsaippuoita ja sideainetta.

10 US-patenttijulkaisussa 2 982 735, Blinka ja Grounds, Jr., julkaistu 2. toukokuuta 1961, selostetaan valssattua pesuainepalasaippuaa, joka sisältää saippuaa, anionista pesuainetta ja tärkkelystä.

US-patenttijulkaisussa 2 781 321, Mayhew et al., julkaistu 12. helmikuuta 1957, selostetaan (esimerkki 19) 50 % Mg-stearaattia sisältävää, yleiskäyttöön tarkoitettua pesuainepalasaippuaa, jossa on 20 % kumihartsia jne. Pinta-aktiivinen systeemi sisältää esimerkeissä 26 - 30 dodekyylilentseenisulfonaattia, joka on suhteellisen voimakas pinta-aktiivinen aine. STPP:a käytetään 10 - 15 %:n määriä Mayhew et al.:in esimerkeissä.

US-patenttijulkaisussa 3 070 547, Chaffee, julkaistu 25. joulukuuta 1962, selostetaan myös synteettistä kaliumsaippuaa-synteettistä palasaippuaa, joka sisältää magnesiumsaippuaa. Osoittautuu, että Chaffeen esimerkkipalasaippuoissa ei ole lainkaan vapaata rasvahappoa ja hänen ko. esimerkeissä käytettyjen pinta-aktiivisten systeemien pH-arvoja ei ole paljastettu, mutta ne ovat normaalisti suhteellisen korkeita.

US-patenttijulkaisussa 2 987 484, Lundberg ja Blinka, julkistu 6. kesäkuuta 1961, selostetaan suljettuun muottiin ruiskuvalettua pesuainepalasaippuaa, joka sisältää alkyyliglyseryylieetterisulfonaattia ja asyyli-isektionaattia. Eräitä muita käyttöjä ja menettelyjä alkyyliglyseryylieetterisulfonaatin valmistamiseksi selostetaan

US-patenttijulkaisuissa nrot 2 094 489, Hultner, julkaistu 28. syyskuuta 1937; 2 427 576, Smith, julkaistu 16. syyskuuta 1947; 2 427 577, Smith, julkaistu 16. syyskuuta 1947; 2 989 547, Whyte, julkaistu 20. kesäkuuta 1961; 5 2 999 068, Pilcher et al., julkaistu 5. syyskuuta 1961; ja 3 024 273, Whyte et al., julkaistu 6. maaliskuuta 1962, jotka kaikki mainitut patentit liitetään viitteenä tähän esitykseen.

Ilmoitetaan, että pinta-aktiivisen aineen mietous voidaan mitata ihosuojan häviämiskokeella, jota käytetään pinta-aktiivisten aineiden ärsytyspotentialiaalin määrittämiseen. Mitä miedompi pinta-aktiivinen aine on tässä kokeessa, sitä vähemmän ihosuoja on tuhoutunut. Ihosuojan häviäminen mitataan sen radioaktiivisesti merkityn veden ($^3\text{H-H}_2\text{O}$) suhteellisen määrän avulla, joka kulkeutuu koe-
liuoksesta ihon orvaskeden läpi fysiologiseen puskuriin, joka sisältyy diffuusiotuotekammioon. Tätä koetta ovat kuvanneet T.J. Franz julkaisussa J. Invest. Dermatol., 1975, 64, sivut 190 - 195; Small et al. US-patenttijulkaisussa nro 4 673 525, julkaistu 16. kesäkuuta 1987 ja Small et al. ratkaisemattomassa US-patenttijulkaisussa sarjainumero 294 832, jätetty 9. tammikuuta 1989, jotka liitetään viitteenä tähän esitykseen.

US-patenttijulkaisussa nro 2 894 912 Geitz, julkaistu 14. heinäkuuta 1959 otsikolla "Isethionate Detergent Bar" selostetaan pesuainepalasaippuaa, joka sisältää olennaisesti 30 - 70 % isetionihapon ja sellaisten alifaattisten sekarasvahappojen estereiden vesiliukoisia alkalimetallisuoloja, joissa on 6 - 18 hiiliatomia ja joiden jodiluku on alle 20, joista sekahapoista vähintään 75-%:ssa on 12 - 18 hiiliatomia ja korkeintaan 25-%:ssa on 6 - 10 hiiliatomia; 2 - 10 % vähintään yhtä vesiliukoista vaahtoa lisäävää pesuainesuolaa, joka on valittu ryhmästä, johon kuuluvat alkalimetalli- ja orgaaninen amiinikorkeammat alifaattiset rasva-alkoholisulfaatit, alkyyli-

aryylisulfonaatit ja korkeammat alifaattiset rasvahappotauridit, noin 1 - 9 % vettä, noin 2,5 - 25 % vesiliukoista korkeampaa rasvahapposaippuaa ja 10 - 40 % vähintään yhtä korkeampaa rasvahappoa, jossa on noin 12 - 25 hiiliatomia, sideaineena ja pehmittimenä, jonka palasaippuan pH on välillä 6 - 8 mitattuna palasaippuakoostumuksen 10-%:sena vesiliuoksena 35 °C:ssa. Mitään magnesiumsaippuaa ei käytetä.

US-patenttijulkaisussa nro 4 180 470, Tokosh et al., julkaistu 25. joulukuuta 1979 selostetaan menetelmää parannettujen, 30 - 70 % asyyli-isetionaattia sisältävien pesuainepalasaippuoiden valmistamiseksi, joissa on 2 - 6 % natriumalkoksihydroksipropaanisulfonaattia (alkyyiliglyseryylietterisulfonaatin synonyymi), joiden alkyyliketjuissa on 8 - 22 hiiliatomia, yhdessä pienen määrän kanssa natriumkloridia. Esimerkissä käytetään C₁₈-alkyyiliglyseryylietterisulfonaattia 5 %:n määrä. Lisättyä alkyyliglyseryylietterisulfonaattia ja suolaa käytetään palasaippuan kulumisnopeuden parantamiseen vaikuttamatta haitallisesti sen vaahtoamisominaisuuksiin.

US-patenttijulkaisussa nro 4 234 464, Morshauser, julkaistu 18. marraskuuta 1980 otsikolla "Detergent Bar Composition and Binder Therefor", selostetaan esimerkissä 6 pesuainepalasaippuaa, joka sisältää: 45 % natriumkoko-yyli-isetionaattia, 5 % alkyyliamidia, 37,5 % steariinihappoa, 5,0 % hydrattuja taliglyseridejä ja 1 % Polymer JR-valmistetta. Morhauser mainitsee, että hänen pesuainepalasaippuansa voivat sisältää jopa 5 % saippuaa "ilman oleellista haittaa".

US-patenttijulkaisussa nro 4 012 341, Orshitzer et al., julkaistu 15. maaliskuuta 1977 otsikolla "Unique All Synthetic Detergent Shampoo Bar" selostetaan palasaippuaa, joka sisältää anionisen ja kationisen pesuaineen seoksen. Esimerkit perustuvat pääasiassa natriumlauryylisulfaat-

tiin, joka on ei-hyväksyttävän voimakas primäärinen pinta-aktiivinen aine esillä olevaan keksintöön.

US-patenttijulkaisussa nro 3 761 418, Parran, Jr., julkaistu 25. syyskuuta 1973 otsikolla "Detergent Compositions Containing Particle Deposition Enhancing Agents" selostetaan pesuainekoostumuksia palasaippua mukaanluettuna, jonka pääasiallinen pinta-aktiivinen aine on alkyylisulfaatti, joka ei ole hyväksyttävä esillä olevan keksinnön mietoon ihonpuhdistussaippuaan.

Useimpien synteettisten pinta-aktiivisten ihopalasaippuakokoonpanojen päähaittoina ovat voimakkuus, huono vaahtoaminen, huono suopautuvuus ja huono prosessoitavuus takertuvuudesta johtuen. Erittäin vaahtoavien anionisten pinta-aktiivisten aineiden käyttö voi johtaa hyväksyttävään vaahtotilavuuteen. Valitettavasti parhaiten vaahtoavien anionisten pinta-aktiivisten aineiden prosessoitavuus on itse asiassa huono. Vaikka eräillä alan aikaisemilla natriumkookos/talialkyyliglyseeryylieetterisulfonaatin (AGS) miedoilla seoksilla on suhteellisen hyvä vaahtamispotentiaali, niitä ei ole kovin helppo prosessoida johtuen niiden takertuvuudesta tai hygroskooppisuudesta. On arvioitavissa, että prosessoitavuus, kiinteytys, suopautuvuus, mietous, vaahtoavuus ja huuhdeltavuus tekevät pinta-aktiivisen aineen valinnasta mietoihin henkilökohtaisiin pesupalasaippuihin herkän tasapanotustoimenpiteen. Näin ollen on arvioitavissa, että melko ankarat vaatimukset mietojen henkilökohtaisten pesupalasaippuoiden kokoonpanon suhteen rajoittavat pinta-aktiivisten aineiden valikoimaa ja lopulliset kokoonpanot edustavat jonkinasteista kompromissia. Mietous saavutetaan usein prosessoitavuuden, tehokkaan puhdistuksen, vaahtoamisen tai huuhdeltavuuden kustannuksella tai päinvastoin. Prosessoitavuus saavutetaan usein suopautuvuuden kustannuksella.

On tarpeetonta sanoa, että erinomaisesti prosessoitava mieto henkilökohtainen pesupalasaippuakokoonpano,

jolla on hyvä mietous, hyvä suopautuvuus, hyvä vaahtoamis-
 potentiaali ja hyvä huuhdeltavuus, on vaikea kokoonpanna.

Keksinnön tavoitteet

Eräänä tämän keksinnön tavoitteena on saada aikaan
 5 meistetty mieto henkilökohtainen pesupalasaippua, jolla on
 parannettu prosessoitavuus.

Toisena tämän keksinnön tavoitteena on saada ai-
 kaan mieto palasaippua, jolla on erinomainen suopautuvuus.

Vielä muuna tavoitteena on kokoonpanna mieto hen-
 10 kilökohtainen pesupalasaippua, jossa on suhteellisen pieni
 määrä vapaita rasvahappoja, palasaippuan suopautuvuuden ja
 kiinteyden parantamiseksi.

Muut tavoitteet käyvät ilmi seuraavasta yksityis-
 kohtaisesta kuvauksesta.

Keksinnön yhteenveto

Tämä keksintö on mieto henkilökohtainen pesupala-
 saippua, joka sisältää: noin 20 - 50 % vaahtoavaa, mietoa
 synteettistä pinta-aktiivista ainetta ja noin 5 - 50 %
 magnesiumsaippuaa; jossa mainitun vaahtoavan, miedon syn-
 20 teettisen pinta-aktiivisen aineen ja mainitun saippuan
 välinen suhde on noin 10:1 - 0,4:1, mainitun palasaippuan
 pH-arvon ollessa noin 6,5 - 8,5 1%:sena liuoksena
 25 °C:ssa.

Keksinnön yksityiskohtainen kuvaus

Tämä keksintö koskee mietoa henkilökohtaista
 25 pesupalasaippuaa, joka on tehty seoksesta, jossa on noin
 20 - 50 % vaahtoavaa, mietoa synteettistä pinta-aktiivista
 pesuainetta ja noin 5 - 50 %, edullisesti noin 10 - 45 %
 magnesiumsaippuaa. Miedon henkilökohtaisen pesutuspala-
 30 saippuan pH on noin 6,5 - 8,5. Palasaippuan pH on edul-
 lisesti 7 - 8 ja se on edullista säätää karboksyylihapol-
 la. pH mitataan 1 %:sena vesiliuoksena noin 25 °C:ssa.

Vaahtoavan, miedon, synteettisen pinta-aktiivisen
 aineen suhde magnesiumsaippuaan on noin 10:1 - 0,4:1, edul-
 35 lisesti noin 5:1 - 0,5:1 ja edullisemmin noin 4:1 - 0,6:1.

Sanonta "vaahtoava, mieto, synteettinen, pinta-aktiivinen aine" tarkoittaa tässä käytettynä mitä tahansa pinta-aktiivista ainetta, joka vaahtoa vähintään suunnilleen yhtä hyvin kuin "mieto standardi alkyyliglyseryylieetterisulfonaatti (AGS)", joka määritellään tässä ja joka sisältää huomattavan määrän C_{12-14} -alkyyliketjuja, erityisesti noin 68 % C_{12} -; 25 % C_{14} - ja 7 % C_{16} -AGS:a.

"Vaahtoamaton, maaperää kuormittamaton laimentava pinta-aktiivinen aine" määritellään pinta-aktiiviseksi aineeksi, jolla on "vähäinen" vaahtoavuus ja joka sisältää luokkaa C_{16-18} olevaa alkyyliglyseryylieetterisulfonaattia ja muita synteettisiä C_{16-18} pinta-aktiivisia aineita, esim. C_{16-18} -alkyyლისulfaatteja jne. Nämä pinta-aktiiviset aineet eivät myötävaikuta vaahtoon millään merkittävällä tavalla, mutta ne eivät myöskään vähennä vaahtoa millään merkittävällä tavalla. Ne ovat kuitenkin erityisen tehokkaita parantamaan palasaippuan kykyä saavuttaa hyvä luokitus taivutuskokeessa, jota kuvataan täydellisemmin jäljempänä. Ne ovat myös hyödyllisiä palasaippuoiden suopautumisominaisuuksien parantamisessa.

Sanonnat "maaperää kuorimittava laimennin" ja "hydrofobinen materiaali" ovat tässä käytettynä synonyymisiä ja tarkoittavat mitä tahansa laimenninta, jolla on maaperän kuormitus, joka on samaa luokkaa kuin vapaalla rasvahapolla, parafiinivahalla, rasva-alkoholilla tai triglyseridillä. Eräät näistä materiaaleista, kuten parafiinivaha ovat erittäin tehokkaita parantamaan taivutuskoeoluokituksia. Muut materiaalit, kuten vapaa rasvahappo auttavat pehmittämään kokoonpanoa prosessoitavuuden parantamiseksi.

Magnesium (Mg)-saippua voidaan valmistaa käyttäen valikoitua rasvamateriaalia (vapaita rasvahappoja ja saippuoita), joiden jodiluku on 0 - n. 50, edullisesti alle 15 ja edullisemmin noin 0 - 3. Tiitteri (°C) voi olla vain noin 15, kuitenkin saippuaa ja vapaata rasvahappoa olevan

edullisen rasvamateriaalin tiitteri on noin 60 - 80, edullisesti noin 35 - 75 ja edullisemmin noin 50 - 70.

Eräiden edullisten puhtaiden tyydyttyneiden happojen kemialliset ominaisuudet esitetään seuraavassa puhtaiden happojen taulukossa:

Puhtaiden happojen taulukko				
	Ketjun-	Happo-	Mooli-	Tiitteri
Happo	pituus	luku	massa	°C
10	Dekaani	C-10	326	172
	Lauriini	C-12	280	200
	Myristiini	C-14	246	228
	Pentadekaani	C-15	231	242
15	Palmitiini	C-16	219	256
	Margariini	C-17	207	270
	Steariini	C-18	197	284
	Nonadekaani	C-19	188	298
	Maapähkinä	C-20	180	312
20	Beheeni	C-22	165	340

Palmunydinhappojen taulukko (tyypillinen)		
Happo	Ketjunpituus	Paino-%
Tyydyttyneet:		
25	Oktaani	C-8
	Dekaani	C-10
	Lauriini	C-12
	Myristiini	C-14
	Palmitiini	C-16
30	Steariini	C-18
Tyydyttymättömät:		
	Öljy	C-18 = 1
	Linoli	C-18 = 2
	Jodiluku:	Alin
35		Korkein
	Saippuoitumisluku:	Alin
		Korkein
	Tiitteri, (°C)	
	(rasvahappo):	Alin
40		Korkein

Palmunydinhappojen, kookoshappojen ja talihappojen taulukot esittävät eräitä näiden happojen kemiallisia ominaisuuksia.

Kookoshappojen taulukko (tyypillinen)

Happo	Ketjunpituus	Paino-%
Tyydyttyneet:		
5 Oktaani	C-8	7
Dekaani	C-10	6
Lauriini	C-12	50
Myristiini	C-14	18
Palmitiini	C-16	8,5
Steariini	C-18	3
10 Tyydyttymättömät:		
Öljy	C-18 = 1	6
Linoli	C-18 = 2	1
Linoleeni	C-18 = 3	0,5
Jodiluku:	Alin	7,5
15 Korkein		10,5
Saippuoitumisluku:	Alin	250
Korkein		264
Tiitteri, °C		
(rasvahappo)	Alin	20
20 Korkein		24

Tali-BFT taulukko (tyypillinen)

Happo	Ketjunpituus	Paino-%
Tyydyttyneet:		
25 Myristiini	C-14	3
Pentadekaani	C-15	0,5
Palmitiini	C-16	24
Margariini	C-17	1,5
Steariini	C-18	20
30 Tyydyttymättömät:		
Myristoleiini	C-14 = 1	1
Palmitoleiini	C-16 = 1	2,5
Öljy	C-18 = 1	43
Linoli	C-18 = 2	4
35 Linoleeni	C-18 = 3	0,5
Jodiluku:	Alin	45
Korkein		50
Saippuoitumisluku:	Alin	192
Korkein		202
40 Tiitteri, °C		
(rasvahappo)	Alin	40
Korkein		45

45 Vapaan rasvahapon (ja muiden maaperää kuormittavien laimentimien) määrä tämän keksinnön miedossa henkilökohtaisessa pesupalasaippuassa voi olla yllättävän pieni. Mg-saippuan ja vapaan rasvahapon välinen suhde voi olla

noin 50:1-0,5:1, edullisesti noin 30:1-1:1 ja edullisemmin noin 15:1-2:1. Vapaan rasvahapon määrä on edullisesti noin 1 - 10 %, edullisesti noin 2 - 9 % ja edullisemmin noin 3 - 8 % palasaippuusta.

5 Hydrofobista materiaalia (maaperää kuormittavia laimentimia) voi olla läsnä tämän keksinnön palasaippuoissa 0 - noin 40 %:n määrä, mutta edullisesti sitä käytetään noin 5 - 20 %:n määrä. Muu hydrofobinen materiaali sisältää vapaita rasvahappoja, joissa on noin 8 - 18 hiiliatomia; mono- di- ja triglyseridejä; rasva-alkoholeja, joissa
10 on noin 8 - 18 hiiliatomia; ja niiden seoksia; jolloin mainittu koostumus sisältää korkeintaan noin 25 % mainittuja vahoja ja korkeintaan 15 % mainittua muuta hydrofobista materiaalia. Triglyseridejä (C_{8-18} -asyyliketju) voi-
15 daan käyttää korkeintaan noin 10 % vaikuttamatta haitallisesti hyväksyttävään vaahtoamissuorituskykyyn.

 Edullinen hydrofobinen materiaali on vaha, jonka sulamispiste (sp.) on noin 49 - 85 °C (120 - 185 °F), edullisesti noin 52 - 79 °C (125 - 175 °F). Edullinen parafiini-
20 nivaha on täysin puhdistettu maaöljyvaha, jonka sulamispiste vaihtelee välillä noin 49 - 60 °C (130 - 140 °F). Tämä vaha on hajuton ja mauton ja täyttää FDA-vaatimukset, mitä tulee käyttöön elintarvikkeiden ja elintarvikkepak-
 kausten päällysteinä. Tällaisia parafiineja on kaupalli-
25 sesti helposti saatavissa. Erittäin sopivaa parafiinia voidaan saada esimerkiksi yhtiöltä The Standard Oil Com-
 pany of Ohio, kauppanimellä Factowax R-133.

 Muita sopivia vahoja myy yhtiö The National Wax Co. kauppanimillä 9182 ja 6971, joiden sulamispisteet ovat
30 noin 55 °C (131 ja 130 °F).

 Parafiinia on edullisesti läsnä palasaippuussa määrä, joka vaihtelee välillä noin 5 - 20 paino-%. Parafiini-
 aineosaa käytetään tuotteessa aikaansaamaan mietoutta iholle, muovailtavuutta, kiinteyttä ja prosessoitavuutta.

Se saa myös aikaan kiiltävän ulkonäön ja sileän tunnun palasaippuaan.

Parafiiniaineosaa täydennetään valinnaisesti mikrokiteisellä vahalla. Sopiva mikrokiteisen vahan sulamispiste vaihtelee esimerkiksi välillä noin 60 - 85 °C (140 - 185 °F), edullisesti välillä 62 - 79 °C (145 - 175 °F). Vahan tulisi edullisesti täyttää FDA-vaatimukset elintarvikelaatuisten mikrokiteisten vahojen suhteen. Erittäin sopivaa mikrokiteistä vahaa saadaan yhtiöltä Witco Chemical Company kauppanimellä Multiwax X-145A. Mikrokiteistä vahaa on edullisesti läsnä palasaippuassa määrä, joka vaihtelee välillä noin 0,5 - 5 paino-%. Mikrokiteinen vaha-aineosaa antaa palasaippualle taipuisuutta huoneenlämpötiloissa.

Maaperää kuormittamatonta pinta-aktiivista laimentamista voidaan käyttää 0 - noin 40 %:n määrä, edullisesti noin 5 - 40 % ja edullisemmin noin 10 - 35 %. Viimemainittu pitoisuusalue on erittäin edullinen taivutuskokeen mietouden kannalta.

Vesipitoisuus on noin 2 - 15 % ja edullisesti noin 4 - 10 %.

Ei-pinta-aktiivisen elektrolyytin (orgaaninen ja epäorgaaninen) kokonaismäärä on noin 1 - 10 %, edullisesti noin 2 - 8 % ja edullisemmin noin 2 - 5 paino-% palasaippuasta.

Lukuisia esimerkkejä pinta-aktiivisista aineista on paljastettu patenteissa, jotka on liitetty viitteenä tähän esitykseen. Niitä ovat alkyylisulfaattit, anioniset asyyli-sarkosinaatit, metyyliasyylitauraatit, N-asyyliglutamaatit, alkyylisulfosukkinaatit, alkyylifosfaattiesterit, etoksiloidut alkyylifosfaattiesterit, tridekeettisulfaattit, proteiinikondensaatit, etoksiloitujen alkyylisulfaattien ja alkyyliamiinioksidien seokset, betaiinit, sul-taiinit ja niiden seokset. Pinta-aktiivisiin aineisiin kuuluvat alkyylieetterisulfaattit, joissa on 1 - 12 etoksi-

ryhmää, erityisesti ammonium- ja natriumlauryylieetterisulfaattit.

Näille pinta-aktiivisille aineille tarkoitettut alkyyliketjut ovat pituudeltaan C_{8-22} , edullisesti C_{12-14} vaah-
 5 toaville, miedoille pinta-aktiivisille aineilla ja C_{16-18} vaah-
 toamattomille, maaperää kuormittamattomille laimen-
 timille.

Sanonta "alkyyliglyseryylietterisulfonaatti" tar-
 koittaa tässä käytettynä yleisesti pinta-aktiivisten al-
 10 kyyliglyseryylietterisulfonaattien (AGS) seosta, joiden
 alkyyliketjuissa on 8 - 22 hiiliatomia, edullisesti 10 -
 20 hiiliatomia ja edullisemmin 12 - 14 hiiliatomia.

Alkyyliglyseryylietterisulfonaatit on johdettu
 vastaavista eettereistä, jotka koostuvat suorista alkyyli-
 15 ketjuista, ja jotka on puolestaan johdettu niitä vas-
 taavista synteettisistä tai luonnon alkoholeista.

Julkisesti luovutetussa US-patenttijulkaisussa nro
 4 673 525, Small et al., supra, selostetaan mietoon pin-
 ta-aktiiviseen alkyyliglyseryylietterisulfonaattiin pe-
 20 rustuvaa mietoa henkikökohtaista pesupalasaippua, joka
 sisältää alkyyliglyseryylietterisulfonaattia. Tämän kek-
 sinnön miedoilla henkilökohtaisilla pesupalasaippuoilla on
 parannettu prosessoitavuus verrattuna Small et al.:in esi-
 merkkeinä paljastamiin mietoihin henkilökohtaisiin pesu-
 25 palasaippuihin. Toisin sanoen tämän keksinnön paran-
 netuilla palasaippuoilla on myös parannettu prosessoit-
 tavuus verrattuna vastaaviin AGS-saippua paloihin. Tämän
 keksinnön palasaippuat ovat myös parempia mitä tulee pala-
 saippuan kiinteyteen ja suopautuvuuksiin.

30 Alkyyliglykosidit ja metyyliglykoosiesterit ovat
 edullisia mietoja ionittomia aineita, joita voidaan se-
 koittaa vähintään yhteen mainituista miedoista anionisista
 tai amfoteerisista pinta-aktiivisista aineista tämän kek-
 sinnön koostumuksissa.

Edullinen aineosa on asyyli-isetionaatti. Asyyli-isetionaatit ovat alkalimetalli-isetionihapposuolan alifaattisia korkeampia rasvahappoestereitä ja ne voidaan määritellä yleisellä kaavalla: $\text{RCOOCH}_2\text{CH}_2\text{SO}_3\text{M}$, jossa R on korkeamman rasvahapon tai niiden seoksen alifaattinen radikaali tai alifaattinen sekaradikaali, jossa on noin 6 - 20 hiiliatomia, edullisesti noin 8 - 18 hiiliatomia, esim. kokonyyliradikaali tai suunnilleen vastaavan ketjunpituuksien jakautuman omaava radikaali, pitempien ketjujen (16 ja 18) ollessa edullisempia vaahtoamattomina, maaperää kuormittamattomina laimentimina ja keskipitkien ketjujen (C_{12-14}) ollessa edullisempia vaahtoavina synteettisinä pinta-aktiivisinä aineina; ja jossa M on alkalimetallikationi; kuten natrium-, kalium- tai ammoniumkationi tai orgaaninen amiiniemäs, kuten trietanoliamiini, tri-isopropanoliamiini, dietanoliamiini ja etanoliamiini. Edullinen kationi AGS:ssa ja asyyli-isetionaattisuoloissa on natrium.

Edullinen valssattu palasaippua taivutuskokeen mietouden kannalta sisältää: (1) noin 5 - 25 %, edullisesti noin 10 - 20 % C_{16-18} -alkyyli(ketju)-sulfaatteja ja (2) noin 5 - 50 %, edullisesti noin 10 - 30 % magnesiumsaippuaa saippuapalan painosta. Kts. jäljempänä selostettu esimerkki 7. Vaahtoavia mietoja synteettisiä pinta-aktiivisia aineita vaaditaan myös tässä edullisessa palasaippuassa. Alkyyli-sulfaattien ja magnesiumsaippuan välinen suhde voi olla noin 3:1 - 1:6, edullisesti noin 1:2 - 1:4. Tämä maaperää kuormittamaton, vaahtoamaton synteettinen pinta-aktiivinen laimennin on yllättävän ja odottamattoman erinomainen tai ylivoimainen laimennin vaahtoaville, ultramiedoille synteettisille pinta-aktiivisille aineille, esim. alkyylyglyseryylieetterisulfonaatille ja/tai kokoyyli-isetionaatille henkilökohtaisissa pesupalasaippuakoostumuksissa. Synteettiset pinta-aktiiviset laimentimet saavat aikaan yllättävän hyväksyttävän parannuksen palasaippuan

prosessoitavuuteen samalla, kun ne eivät merkittävästi heikennä palasaippuan mietoutta tai palasaippuoiden haluttuja fysikaalisia ominaisuuksia.

- C_{16-18} -alkyyulisulfaatit on johdettu vastaavista tyydyttyneistä suoraketjuisista alkoholeista. Tässä määriteltynä C_{16-18} -alkyyulisulfaatit sisältävät mainittuja C_{16-18} -alkyyliketjuja vähintään noin 90 %:n määrän, edullisesti noin 93 % ja edullisemmin noin 97 %. Yleensä C_{16} :n ja C_{18} :n välinen painosuhde voi vaihdella välillä noin 4:1 - 1:4.
- 10 Kaupallisesti saatava C_{16-18} -alkyyulisulfaatti on Sipon^R EC-111 (aikaisemmin Sipep^R EC-111), natriumsetearyylisulfaatti, jossa on suunnilleen 60 % C_{16} ja 36 % C_{18} . Sipon^R EC-111-valmistetta myy Alcolac Company, Baltimore, MD 21226. Toinen lähde on Henkel Corp., Ambler, PA 19002.
- 15 Henkelin natriumsetearyylisulfaatti, Lanette E. on arviolta 50 - 50 %:nen C_{16-18} -alkyyulisulfaatti, jota myydään emulgaattorina.

- Prosentit, suhteet ja osat on tässä laskettu koko koostumuksen tai pinta-aktiivisen aineen painosta, ellei toisin määritellä. Kaikki kaavat, määrät ja alueet ovat tässä likiarvoja, ellei toisin määritellä. Eräitä edullisia prosentteja ja suhteita kuvataan seuraavassa.
- 20

- Vahtoava, synteettinen pinta-aktiivinen aine muodostuu 20 - 50 paino-% tämän keksinnön palasaippuoista.
- 25 Edullinen palasaippua sisältää: noin 25 - 45 % vahtoavaa, mietoa synteettistä pinta-aktiivista ainetta; noin 15 - 20 % maaperää kuormittamatonta synteettistä pinta-aktiivista laimenninta, esim. setearyylisulfaattia; noin 10 - 50 % magnesiumsaippuaa; ja noin 1 - 10 %, edullisesti 2 - 9 % vapaata rasvahappoa; noin 0 - 8 %, edullisesti 0,2 - 2 % polymeerista ihotuntua parantavaa ainetta; ja 30 2 - 15 %, edullisesti 4 - 10 % vettä.

Tämän keksinnön palasaippuoissa maaperää kuormittavan laimentimen (vapaa rasvahappo, vaha jne) suhde vaah-

toavaan miettoon, synteettiseen pinta-aktiiviseen aineeseen on 0,1:1 - 1:1, edullisesti 0,2:1 - 0,9:1.

Tämän keksinnön palasaippuoissa maaperää kuormittavan laimentimen suhde maaperää kuormittamattomaan laimentimeen (Mg-saippua mukaanluettuna) on 0,1:1-1:1, edullisesti 0,2:1 - 0,9:1 ja ilman Mg-saippuaa suhde on 0,4:1 - 30:1.

Tämän keksinnön palasaippuoissa vaahtoavan synteettisen pinta-aktiivisen aineen suhde maaperää kuormittamattomaan laimentimeen (Mg-saippuan kanssa) on 0,2:1 - 3:1, edullisesti 0,3:1 - 2:1 ja ilman Mg-saippuaa suhde on 0,5:1 - 35:1.

Tämän keksinnön palasaippuoissa magnesiumsaippuan suhde vaahtoavaan synteettiseen pinta-aktiiviseen aineeseen on 1:10 - 1:0,4, edullisesti 1:5 - 1:0,5 ja edullisemmin 1:4 - 1:0,6.

Tämän keksinnön palasaippuoissa magnesiumsaippuan suhde kaikkiin synteettisiin pinta-aktiivisiin aineisiin (vaahtoava + laimennin) on 0,1:1 - 3:1, edullisesti 0,2:1 - 2:1 ja edullisemmin 0,3:1 - 1,5:1.

Tämän keksinnön palasaippuoissa magnesiumsaippuan suhde vapaaseen rasvahappoon on 50:1 - 0,5:1, edullisesti 30:1 - 1:1 ja edullisemmin 15:1 - 2:1.

Tämän keksinnön palasaippuoissa magnesiumsaippuan suhde maaperää kuormittavaan laimentimeen (vapaa rasvahappo, vaha jne) on 0,3:1 - 5:1, edullisesti 0,4:1 - 4:1.

Parannettujen suopautuvuuksien kannalta on huomattava, että kun magnesiumsaippuan määrä on pieni, esim. 10 % tai pienempi ja kun kaikkien synteettisten pinta-aktiivisten aineiden suhde magnesiumsaippuaan on yli 5:1, palasaippuan vesipitoisuuden tulisi olla noin 2 - 7 %, edullisesti noin 2,5 - 6 % parannetun suopautuvuuden saavuttamiseksi.

Useampia kuin yhtä vaahtoavaa synteettistä pinta-aktiivista ainetta voidaan käyttää. Esimerkiksi noin 2 -

25 %, edullisesti noin 3 - 20 % ja edullisemmin noin 4 - 16 % hyvin voimakkaasti vaahtoamista parantavaa pinta-aktiivista ainetta, esim. natriumlauroyylisarkosinaattia voidaan käyttää yhdessä AGS:n kanssa, kuten oheisissa esimerkeissä esitetään.

Muut palasaippuan aineosat valitaan: vaahtoamattomista laimentavista pinta-aktiivisista aineista, magnesiumsaippuasta, maaperää kuormittavista laimentimista, polymeerisista ihotuntua parantavista aineista, kostutusaineista, täyteaineista jne.

Miedoissa henkilökohtaisissa pesutuspalsaaippuoissa voi olla myös noin 0 - 8 %, edullisesti noin 0,2 - 2 % polymeerista ihotuntua parantavaa ainetta, mikäli sitä on läsnä.

Tämän keksinnön edullinen palasaippua voi sisältää noin 0,1 - 5 % ja edullisemmin 0,2 - 2 % sopivan nopeasti hydratoituvaa kationista polymeeria. Polymeerien moolimassat ovat noin 1 000 - 3 000 000. Edullinen polymeeri valitaan kationisista guarkumeista, joiden moolimassa-alue on 2 500 - 350 000.

Kationinen polymeeri (ihonkostutusaine) valitaan ryhmästä, johon kuuluvat:

(I) kationiset polysakkaridit;

(II) sakkaridien ja synteettisten kationisten monomeerien kationiset kopolymeerit, ja

(III) synteettiset polymeerit, jotka on valittu ryhmästä, johon kuuluvat:

(A) kationiset polyalkyleeni-imiinit,

(B) kationiset etoksipolyalkyleeni-imiinit ja

(C) kationinen poly[N-[3-(dimetyyliammonio)propyyli]-N'-[3-(etyleenioksietyleenidimetyyliammonio)propyyli]-ureadikloridi].

Erikoisesimerkkejä kationisen polysakkaridiluokan jäsenistä ovat kationinen hydroksietyyyliselluloosa JR 400, jota valmistaa Union Carbide Corporation; kationiset tärk-

kelykset Stalok^R 100, 200, 300 ja 400, valmistaja Staley, Inc.; kationiset galaktomannaanit, jotka perustuvat yhtiön Henkel, Inc. Galactasol 800-sarjan ja yhtiön Celanese Corporation Jaguar-sarjan guarkumiin.

5 Esimerkkejä sakkaridien ja synteettisten kationisten monomeerien kopolymeerien luokan jäsenistä ovat ne, jotka koostuvat selluloosajohdannaisista (esim. hydroksietyylliselluloosasta) ja N,N-diallyyli-N,N-dialkyyl ammoniumkloridista, jota on saatavana yhtiöltä National Starch
10 Corporation kauppanimellä Celquat.

Tässä keksinnössä hyödyllisiä kationisia synteettisiä polymeereja ovat kationiset polyalkyleeni-imiinit etoksipolyalkyleeni-imiinit ja poly[N-[-3-(dimetyyliammonio)propyyli]-N'-[3-(etyleenioksietyleenidimetyyliammonio)propyyli]ureadikloridi], joista viimeainittua on
15 saatavana yhtiöltä Miranol Chemical Company, Inc. tavaramerkillä Miranol A-15, CAS-rekisterinumero 68555-36-2.

Tämän keksinnön edullisia kationisia polymeerisia ihonkostutusaineita ovat ne kationisen guarkumiluokan kationiset polysakkaridit, joiden moolimassat ovat 1000 - 3
20 000 000. Edullisempia moolimassoja ovat 2500 - 350 000. Näillä polymeereilla on polysakkaridirunko, joka koostuu galaktomannaaniyksiköistä ja jonka kationinen substituointiaste vaihtelee välillä noin 0,04 - 0,80 yhtä anhydroglukoosiyksikköä kohti, kationisen substituenttiryhmän ollessa
25 2,3-epoksipropyyli trimetyyli ammoniumkloridin addukti luonnon polysakkaridirunkoon. Esimerkkejä ovat Jaguar C-14-S, C-15 ja C-17, joita myy Celanese Corporation. Jotta saavutettaisiin tässä keksinnössä kuvatut edut, polymeerilla on oltava joko rakenteelliset tai fysikaaliset
30 ominaisuudet, jotka sallivat sen hydratoinnin sopivasti ja täydellisesti ja sen jälkeen liittämisen hyvin saippuamatriisiin.

Muut esillä olevan keksinnön aineosat valitaan erilaisiin sovellutuksiin. Esimerkiksi hajusteita voidaan
35

käyttää ihonpuhdistustuotteiden kokoonpanossa yleensä noin 0,1 - 1,5 %:n määrä koostumuksesta. Alkoholeja, hydro-
trooppeja, väriaineita ja täyteaineita, kuten talkkia ja
kaoliinia voidaan myös käyttää. Säilytysaineita, esim.
5 natriumetyleenidiamiinitetra-asetaatia (EDTA), yleensä
alle 1 %:n määrä koostumuksesta voidaan liittää puhdistus-
tuotteisiin mikrobiologisen kasvun estämiseksi. Bakteereja
tappavia aineita voidaan myös liittää koostumukseen, ta-
vallisesti korkeintaan 1,5 %:n määrät.

10 Esillä olevan keksinnön edullinen palasaippua voi
sisältää noin 0,5 - 4 %, edullisesti noin 2 - 3,5 % tri-
natriumfosfaattia.

Seuraavissa patenteissa selostetaan sellaisia aine-
osia ja kokoonpanoja tai viitataan niihin, joita voidaan
15 käyttää tämän keksinnön miedoissa henkilökohtaisissa pesu-
palasaippuoissa ja ne liitetään viitteenä tähän esityk-
seen:

Pat. nro	Julkaisuaika	Keksijät
20 4 234 464	11/1980	Morshauser
4 061 602	12/1977	Oberstar et al.
4 472 297	9/1984	Bolich et al.
4 491 539	1/1985	Hoskins et al.
25 4 540 507	9/1985	Grollier
4 673 525	6/1987	Small et al.
4 704 224	11/1987	Saud
4 812 253	3/1989	Small et al.
4 820 447	4/1989	Medcalf et al.

30

Magnesiumsaippuat voidaan lisätä sellaisenaan tai
valmistaa in situ, esim. lisäämällä emästä, esim. $Mg(OH)_2$:a
vapaiden rasvahappojen konvertoimiseksi koostumusseokses-
sa.

Toisessa edullisessa (sopivassa) menetelmässä esillä olevan keksinnön palasaippuoiden valmistamiseksi synteettinen pesuaine, joka on neutraloitu alkalimetallihydroksidin tai -karbonaatin liuoksella, johon on lisätty
 5 suolaavaa elektrolyyttiä (mikäli riittämättömästi elektrolyyttiä muodostuu in situ neutralointivaiheen aikana ja prosessin muissa vaiheissa), syötetään sopivaan sekoittimeen, kuten saippuahämmöntimeen. Jonkin verran vettä voidaan lisätä sitten juoksevuuden parantamiseksi ja natrium-
 10 saippuaa, edullisesti noin 30 % vettä sisältävänä saippuana lisätä. Nämä aineosat sekoitetaan keskenään ja sen jälkeen asianmukainen määrä vesiliukoista maa-alkalimetallisuolaa, kuten magnesiumsulfaattia tai -kloridia tai kaliumkloridia lisätään osan vesiliukoisesta saippuasta kon-
 15 vertoimiseksi veteen liukenemattomaksi saippuaksi, jolloin suolaavaa natriumelektrolyyttiä muodostuu sivutuotteena. Edullisessa menetelmässä magnesiumsaippua valmistetaan ennenkuin synteettinen pinta-aktiivinen aine lisätään seokseen. Sekoitusta jatketaan sitten, jotta varmistettaisiin, että saavutetaan tasapaino magnesiumsaippuan muodostuksessa. Haluttuja säätöjä vesiliukoisen saippuan pitoisuuteen voidaan luonnollisesti tehdä sen jälkeen kun magnesiumsaippua on muodostettu.

Kaksi edullista menetelmää edullisen henkilökohtaisen puhdistuspalasaippuan valmistamiseksi
 25

I. Hämmöntäminen - neutralointi

1. Lisää ennalta määrätty määrä AGS-pastaa 65 °C:ssa (150 °F) hämmöntimeen.
2. Hämmöntimen ulkopuolella lisää ennalta määrätty määrä NaCl:a ja Na₂SO₄:a riittävään määrään kuumaa vettä
 30 75 °C:ssa (167 °F) hämmöntimen loppukosteuden saamiseksi aina 50 %:iin asti ottaen huomioon kaikkien muiden raaka-aineiden kosteuspitoisuus. Elektrolyyttien liuotuksen jälkeen kuumaan veteen lisää seos hämmöntimeen.

3. Kytke sekoitin ja kierrätyspumppu (valinnainen) päälle ja ylläpidä hämmentimen lämpötilaa 75 - 85 °C:ssa (167 - 185 °F) säätämällä höyry- ja vesiventtiileitä.
4. Lisää ennalta määrätty määrä TiO_2 -pulveria hämmentimeen.
- 5 5. Lisää ennalta määrätty määrä $\text{Mg}(\text{OH})_2$ -pulveria ympäristön lämpötilassa hämmentimeen. Tämän materiaalin lietettä voidaan myös käyttää. Sekoita kunnes pulveri on visuaalisesti täysin jakaantunut.
6. Lisää ennalta määrätty määrä rasvahappoa hämmentimeen
- 10 magnesiumsaippuan valmistamiseksi. Ihannetapauksessa happo tulisi lisätä sulassa muodossa 75 - 85 °C:ssa (167 - 185 °F). Jos se lisätään pulverina, jatka sekoittamista, kunnes pulveri on visuaalisesti sulanut.
7. Lisää ennalta määrätty määrä sarkosinaattiliuosta ympä-
- 15 riston lämpötilassa hämmentimeen. Anna hämmentimen palautua tavoitelämpötilaan.
8. Lisää ennalta määrätty määrä sulaa parafiinia 75 - 85 °C:ssa (167 - 185 °F) hämmentimeen. Jos lisätään parafiinihiutaleita, anna parafiinin sulaa täysin.
- 20 9. Anna hämmentimen sisällön sekoittua täydellisesti ja reagoida, kunnes hämmentimen pH saavuttaa tavoitearvon 7,3 - 8,0 samalla, kun hämmentimen lämpötila pidetään 75 - 85 °C:ssa (167 - 185 °F). Tämä kestää tyypillisesti 20 - 40 minuuttia.
- 25 10. Lisää ennalta määrätty ylimäärä rasvahappoa lämpötilassa, joka on yhdenmukainen aikaisemman rasvahappolisäyksen kanssa. Anna hämmentimen pyöriä vielä 10 minuuttia.

II. Hämmentäminen - ioninvaihto

1. Aseta hämmentimeen vaaditut määrät saippuaa, rasvahappoja ja triglyseridejä 82 - 88 °C:ssa (180 - 190 °F) ja sekoita homogeeniseksi noin 10 minuuttia.
2. Liuota MgCl_2 veteen ja lisää hämmentimeen. Jatka sekoittamista 82 - 88 °C °C:ssa (180 - 190 °F), kunnes reaktio on mennyt loppuun, noin 10 minuuttia.

3. Lisää nestemäinen natriumlauroyylisarkosinaatti, natriumkokoyyliglyseryylieetterisulfonaatti ja amiinioksidi hämmentimeen pitäen lämpötila 82 - 88 °C:ssa (180 - 190 °F). Sekoita homogeeniseksi, noin 10 minuuttia.

5 4. Lisää haluttu määrä Polyoxyethylene WSR-35-valmistetta ja sekoita 5 minuuttia.

Sekä seoksen I että seoksen II kuivaus

Hämmenninseos kuivataan ja jäähdytetään käyttäen paisuntakammion ja jäähdytystelan tai jäähdytyshihnan yhdistelmää. Hämmenninseos kuumennetaan ensin noin 132 °C:seen (270 °F) lämmönvaihtimella ja paisuntakuivataan jäähdytystelan tai jäähdytyshihnan yläpuolella olevassa kammiossa. Paisuntakammioista kuuma, kuivattu seos purso-
 10 tetaan jäähdytystelalle tai jäähdytyshihnalle. Jäähdytys-
 15 hihna tai jäähdytystela saa aikaan tasaisen, ohuen, jääh-
 tyneen (29 - 35 °C, 85 - 95 °F) tuotteen hiutale- tai las-
 tumuodossa. Hiutaleen tyypillinen kosteus on 2 - 12 %, edullisesti 6 - 8 %. Kosteuden säätötavat suosituimmuus-
 järjestyksessä ovat (1) höyrynpaineen nostaminen tai las-
 20 keminen lämmönvaihtimessa; (2) lämmönvaihtimeen tulevan
 hämmennin- seoksen nopeuden nostaminen tai laskeminen; ja
 (3) lämmönvaihtimeen tulevan hämmenninseoksen lämpötilan
 nostaminen tai laskeminen.

Amalgamointi

25 Hiutaleet punnitaan ja sekoitetaan panosamalgamaat-
 torissa tasaisen hiutalekoon saamiseksi. Ennalta punnittu
 hajuste lisätään hiutaleisiin ja sekoitetaan amalgamaatto-
 rissa tuotteen halutun lopullisen hajustetason saamiseksi.
 Hajustetut hiutaleet siirretään valssin suppiloon tai suo-
 30 raan tankopuristimelle.

Valssaus (valinnainen)

Kolmitelasaippuavalssi temperoidaan asettaen ensim-
 mäinen tela 38 °C:seen (100 °F) ja muut kaksi telaa noin
 25 °C:seen (70 °F). Saippua ajetaan valssin läpi useita

kertoja hajusteen ja kuivattujen hiutaleiden homogeenisen seoksen aikaansaamiseksi.

Tankopuristus ja meisto

5 Tankopuristin käynnistetään käyttäen sylinterilämpötilana noin 21 °C (70 °F) ja suutinlämpötilana 38 - 49 °C (100 - 120 °F). Ihanteellinen tankopuristin on kaksivaihepuristin, joka sallii noin 50,7 - 84,5 kPa:n alipaineen käytön. Tangot tulisi leikata 127 mm:n paloiksi ja meistää kylmällä muottilohkolla käyttäen muottinestettä, kuten
10 alkoholia mikäli se on tarpeen.

Esimerkit

Seuraavat esimerkit ja menetelmä ovat valaisevia eikä niiden ole tarkoitettu rajoittavan tämän keksinnön suojapiiriä. Yksityiskohtaiset menetelmät alkyyliglyseryy-
15 lieetterisulfonaatin valmistamiseksi ja puhdistamiseksi yleisesti per se paljastetaan U.S. patentissa nro 2 988 511, supra, joka liitetään viitteenä tähän esitykseen. Tässä esitetyt prosentit, suhteet ja osat on laskettu koko koostumuksen tai pinta-aktiivisen aineen painosta kulloinkin ilmoitetulla tavalla ellei toisin mainita. Kaikki määrät, alueet lämpötilat, tulokset jne ovat likiarvoja ellei toisin mainita.

Esimerkkien 1 -7 miedot henkilökohtaisetpesupalasaippuat on valmistettu käyttäen edellä edulliseksi todettua hämmennysneutralointiprosessia. Esimerkki 8 on valmistettu lisäämällä magnesiumkloridia Na-saippuaan Mg-saippuan muodostamiseksi ioninvaihdolla ennen sekoittamista synteettisiin pinta-aktiivisiin aineisiin. Vertailuesimerkki A on valmisteltu samalla tavoin kuin esimerkkien
25 1 - 7 palasaippuat, paitsi että natriumhydroksidia on käytetty $Mg(OH)_2$:n sijasta ja sitä käytetään mietous- ja suopautuvuusstandardina. Vertailuesimerkki B on "B" -palasaippua ja sitä käytetään toisena mietous- ja suopautuvuusstandardina. Vertailuesimerkki C on johtava kaupallinen
30 palasaippua ja sitä käytetään tyyppillisten täyssaip-

puapalasaippuoiden standardina. Esimerkki 3 on edullinen yleispalasaippua mietouden, vaahtoamisen ja suopautuvuuk-sien suhteen.

Seuraavassa selostetaan kahta palasaippuan suopau-
 5 tuvuuskoetta, "Pehmeämassasuopautuvuus 1" ja "Palasaippuan ominaissuopautuvuus 2".

Pehmeämassasuopautuvuus "1" koemenettely

Laitteisto:

1. Fisher-merkkisiä nro 2-202C kuusikulmaisia polystyree-
 10 nipunnitusmaljoja (102 x 76 mm) (4" x 3")
2. Fisher-merkkinen nro 14-36A spaatteli.
3. Vaaka, joka kykenee punnitsemaan kahden desimaalin tarkkuudella.
4. 49 °C:ssa (120 °F) oleva lämpökaappi.
- 15 5. Sekuntikello.

Koemenetelmä

1. Merkitse ja punnitse tarvittava lukumäärä punnitusmal-
 joja (kaksi punnitusmaljaa näytettä kohti, yksi merkitty
 kirjaimella M tarkoittaen pehmeän massan maljaa, yksi mer-
 20 kitty kirjaimella S tarkoittaen liotusmaljaa).
2. Punnitse alkuperäinen palasaippua ja merkitse paino
 muistiin. Aseta palasaippua esipunnittuun, kirjaimella S
 merkittyyn maljaan.
3. Lisää 30 ml huoneenlämpötilassa olevaa kaupunkivettä
 25 maljaan, joka sisältää palasaippuan prototyypin (kaada
 vesi pitkin punnitusmaljan kylkeä). Lisää 30 ml huoneen-
 lämpötilassa olevaa kaupunkivettä maljaan, joka sisältää
 tarkistuspalasaippuan. Asettaessasi palasaippuat maljaan,
 varmista etteivät palasaippuat kosketa maljojen kylkiä.
- 30 4. Anna palasaippuoiden liota punnitusmaljoissa huoneen-
 lämpötilassa 2 tuntia häiriintymättä.
5. Kahden tunnin liotuksen jälkeen nosta palasaippua varo-
 vasti ylös ja anna valua samaan maljaan 15 sekuntia.
6. 15 sekunnin kuluttua käännä palasaippua ylösalaisin ja
 35 aseta esipunnittuun, kirjaimella M merkittyyn maljaan.

7. Punnitse liotettu palasaippua ja merkitse muistiin.
8. Kaavi pehmeä pinta tai massa palasaippuasta spaattelilla samaan esipunnittuun, kirjaimella M merkittyyn maljaan, punnitse ja merkitse muistiin. Parhaat kaavintatulokset havaitaan, kun spaattelia pidetään kevyesti kädessä varoen kovertamasta palasaippuaa tai kaapimasta liian syvältä. Kun palasaippuan pinta ei enää näytä märältä tai kiiltävältä, kaavinta lopetetaan. Kaavinnan vaihtelevuuden eliminomiseksi henkilöstä toiseen kunkin kokeen tulokset ilmoitetaan verrattuna ko. kokeeseen asetettuun tarkistus-
saippuaan.
9. Punnitse kaavittu palasaippua ja merkitse muistiin.
10. Aseta liotusmalja, pehmeän massan malja ja kaavittu palasaippua 49 °C:ssa (120°) olevaan lämpökaappiin veden haihduttamiseksi 48 tunnin ajan.
11. 48 tunnin kuluttua punnitse ja merkitse muistiin liotusmaljan, pehmeän massan maljan ja kaavitun palasaippuan kuivapaino.
12. Laske palasaippuan kaavitun osan pinta-ala mittaamalla (millimetreissä) (tuumissa) pituus ja leveys.
13. Laske yhteen pehmeän massan (suopa) grammamäärä ja liotusosan grammamäärä. Tämä on kokonaistulos grammoissa.
- Kaikkien testausarjojen tulisi sisältää tarkistusnäyte ja kaikki näytteet tulisi ajaa kaksinkertaisina.
- Korkeintaan 7 tuotetta (6 ynnä tarkistus) voidaan testata yhdellä kertaa ja 10 minuutin väliaika tulisi sallia jopa neljän näytteen väliin veden lisäämiseksi, jotta millekään tuotteille ei annettaisi lepoaikaa pitempään kuin 2 tunnin liotukseen.
- Palasaippuan luontaisen suovan "2" koe**
5 ml:n suopakoe
Laitteisto
 "Alathon" - saippuamaljoja
 Pieni mittapullo

Menetelmä

1. Kasta testattava saippuapala upottamalla liotettava pinta tislattuun veteen ja ravistelemalla pois liika vesi. Tämä menettely johtaa tasaisempaan palasaippuan suopaan.
- 5 2. Aseta palasaippua keskelle "Alathon"-maljaa, joka sisältää 5 ml tislattua vettä. Ravistele maljaa veden pintajännityksen murtamiseksi. Alathon-malja valittiin, koska se on standardi, helposti saatavissa (Yhdysvalloissa) oleva malja, jossa on matalat harjat.
- 10 3. Säilytä yli yön (noin 18 tuntia) standardi lämpötilaja kosteusolosuhteissa (käytettiin 27 °C (80°F)/80 % suhteellista kosteutta). Koska tämä koe mittaa palasaippuan kykyä palautua samoin kuin absorboida vettä, standardiolosuhteilla vältetään vuodenajoista johtuvat vaihtelut, joita saattaa esiintyä hallitsemattomissa laboratorio-olosuhteissa yöaikaan.
- 15 4. Seuravana aamuna poista palasaippua varovaisella pystysuoralla nostolla ja käännä ylösalaisin arviointia varten.

Arviointi

- 20 Palasaippuan suopautuminen - Jokainen arvioitsija luokittelee saippuapalan suopautumisen sormeilemalla palasaippuaa ja ottaen huomioon sekä suopatyypit että suovan määrän.

25	Luokka	Suovan kuvaus
	10	Erinomainen
	9	Erittäin hyvä suopa
	8	Hyvä suopa (tavoite)
	7	Hieman huonompi kuin toivottu
30	6	Rajatapaus, mutta vielä hyväksyttävä
	5	Huonoin hyväksyttävä suopa
	4	Huono ja ei-hyväksyttävä
	3	Erittäin huono suopa
	2	Huonoin normaalisti todettu
35	1	Äärimmäisen huono suopa

Ihopalasaippuoiden kliininen määrittely

Kliininen koemenettely, jota käytetään useiden ihopalasaippuakokoonpanojen ihomietouden arviointiin, esitetään seuraavassa.

5 Kyynärvarren pesun mietouskoemenettely

Laborantti suorittaa pesut. Jokaiselle raadin jäsenelle annetaan tehtäväksi 8 tuotteen sarja pesuja varten, 4 kpl kyynärvartta kohti. Jokaisen kyynärvarren koemenettely on:

10 Menettelytapa

1. Aseta 3M Micropore-haavateippi, jossa on 4 ennalta leikattua, halkaisijaltaan 3,2 cm:n reikää, kyynärvarren kämmenen puolelle. Keskitä teippi kyynärvarren sisäsivun alaosaan yrittäen pitää alempi käsittelyalue poissa ranteen alueelta.
2. Kastele kyynärvarsi lämpimällä (35 - 40 °C) vedellä.
3. Kastele kuitukankainen paperiliina (Masslinn Towel, Chicopee Mills, New Brunswick, New Jersey) lämpimällä vedellä. Hankaa liinalla asianmukaista koetuotetta käyttäen pyörivää liikettä, 6 sekunnin ajan.
4. Pyöritä liinaa kussakin koekohdassa 10 sekunnin ajan.
5. Anna koetuotteista syntyneen vaahdon jäädä koekohtaan 90 sekunniksi.
6. Huuhtelee koekohtaa lämpimällä vedellä (35 - 40 °C) 15 sekuntia.
7. Taputa alue kuivaksi pehmeällä, kertakäyttöisellä (Bounty[®]) paperiliinalla.
8. Odota 2 minuuttia ja toista edellä esitetty menettely toisen kerran.
9. Tätä menettelyä on määrä noudattaa 2 kertaa päivässä neljän peräkkäisen päivän ajan ja yhden kerran tutkimuksen viimeisenä päivänä, yhteensä 17 pesua. Jokaisen päivittäisen vierailun välillä on suunnilleen 3 tuntia. Jokaisen koekohdan visuaalinen tarkastus on määrä tehdä juuri ennen kolmannen päivän toista pesumenettelyä ja 3 tuntia viiden-

nen päivän viimeisen pesun jälkeen. Havaittava kuivuus ja punoitus luokitellaan jokaisen tarkastusjakson osalta.

10. Käytetään seuraavia luokitusasteikkoja:

Kliinisen kokeen ihon luokitusasteikot

5 Tässä ilmoitetut kyynärvarren ihon luokitusasteikot esitetään seuraavassa.

Kyynärvarren luokitusasteikko - ihon kuivuus

0 Virheetön iho

10 1.0 Halkeilevia täpliä ja/tai lievää pulverimaisuutta ja satunnaisia pienen hilseilyn täpliä voidaan nähdä. Jakautumista kaikkialle.

2.0 Kaikkialle levinnyttä lievää pulverimaisuutta. Alkavaa halkeilua tai satunnaista pientä kohonnutta hilseilyä saattaa esiintyä.

15 3.0 Kaikkialle levinnyttä kohtalaista pulverimaisuutta ja/tai kohtalaista halkeilua ja kohonnutta hilseilyä.

4.0 Kaikkialle levinnyttä voimakasta pulverimaisuutta ja/tai voimakasta halkeilua ja kohonnutta hilseilyä.

20 5.0 Kaikkialle levinnyttä voimakasta halkeilua ja kohonnutta hilseilyä. Ihottumanomaista muutosta saattaa esiintyä. Pulverimaisuutta voi esiintyä, mutta se ei ole silmiinpistävää. Verta vuotava halkeama saattaa esiintyä.

25 6.0 Kaikkialle levinnyttä voimakasta halkeilua. Ihottumanomaisia halkeamia saattaa esiintyä. Hilseily suurta, saattaa alkaa hävitä.

Kyynärvarren luokitusasteikot - ihon punotus

0 Ei punotusta

1.0 Tuskin havaittavaa punotusta

2.0 Lievää punotusta

30 3.0 Kohtalaista punotusta

4.0 Voimakasta tai huomattavaa punotusta

5.0 Ankaraa punotusta

6.0 Äärimmäistä punotusta

35 Tässä käytettynä sanonta "kaikkialle levinnyt" tarkoittaa, että yli 50 %:lla kyynärvarren pinta-alusta on

tämä tuntomerkki. Kokonaisen yksikön iholuokitukset heijastelevat kaikkialle levinnyttä tilaa. Puolikkaita yksiköitä käytetään edustamaan keskilevinneitä tiloja.

Taivutuskokeen pesu

5

Menettelytapa

1. Kastele yhtä sientä lämpimässä vedessä, noin 37 °C:ssa (95 - 100 °F), kunnes se on täysin märkä.
2. Puserra sientä 3 - 4 kertaa ylimääräisen veden poistamiseksi.
- 10 3. Vaahdota kostutettua sientä pyörivin liikkein suoraan koepalasaippuasta 10 sekuntia.
4. Pese kämmenpuoleisen kyynärvarren asianmukaisia koepalaita 60 sekuntia (ts. pesuliikkein, joissa 2 - 3 pyörivää kierrosta sekunnissa).
- 15 5. Huuhtelee perusteellisesti pesualue ja taputtele kuivaksi paperipyyhkeellä (15 sekunnin huuhtelu suositeltava).
6. Tätä menettelyä on määrä noudattaa 3 kertaa päivässä 5 peräkkäin päivän ajan, yhteensä 15 pesua. Jokaisen päivittäisen pesumenettelyn välillä on noin 2 tuntia. Jokaisen
- 20 koekohdan visuaalinen tarkastus on määrä tehdä juuri ennen seuraavaa pesuamenettelyä. Havaittava punotus luokitellaan jokaisen tarkastusjakson osalta. Lopullinen tarkastus on määrä tehdä noin 2 tuntia viimeisen pesumenettelyn jälkeen.
- 25 7. Seuraavaa punotuksen luokitusasteikkoa on määrä käyttää:
- 0 = ei merkkiä punotuksesta
- 1 = lievää punotusta (pistemäistä ja/tai heikosti havaittavaa)
- 30 2 = kohtalaista punotusta (tasaisempaa, vaaleanpunaista)
- 3 = merkittävää punotusta (tasaista, suhteellisesti kirkkaampaa tai syvemmän punaista).

Välilukemia 0,5, 1,5, 2,5 ja 3,5 voidaan myös tarvittaessa antaa.

8. Käsivartta ei enää saateta pesumenettelyyn, jos saavutetaan lukema "2" tai suurempi. Lukema "2" annetaan tutkimuksen loppuosalle.

5 9. Tuotteita verrataan tilastollisesti tarkastelemalla lukeman 2 tai korkeampien luokitusten lukumääriä. Mitä pienempi on näiden luokitusten lukumäärä, sitä miedompi tuotteen arvoidaan olevan.

10 Seuraavissa esimerkeissä, jotka sisältävät magnesiumisaippuaa, osa magnesiumsaippuasta tai se kokonaan voidaan korvata muilla maa-alkalimetallisuoloilla, kuten kalsium-, sinkki-, alumiini- ja muilla saippuoilla, jotka ovat magnesiumsaippuan tapaan oleellisesti liukenemattomia.

15 **Taulukko 1**

		Esim. 1	Esim. 2	Esim. 3	Esim. 4
	Aineosa	paino-%	paino-%	paino-%	paino-%
	Magnesiumsaippua				
20	(kokoaatti)	-	33,0	-	-
	(lauraatti)	29,7	-	-	22,5
	(stearaatti*)	-	-	38,0	-
	(75 tali/25 palmun- ydinsuola)	-	-	-	-
25	Natriumsaippua				
	(50 tali/50 pal- munydinsuola)	1,4	-	-	-
	Natriumsetearyyli- sulfaatti	11,8	-	-	-
30	Natriumkokoyyli- glyceryylieetteri- sulfonaatti	15,7	25,0	21,0	40,9
	Natriumlauroyyli- sarkosinaatti	6,0	7,0	12,0	7,5

	C ₁₂₋₁₃ -alkyyliidi-				
	metyyliamiinioksidi	-	-	-	-
	Lauriinihappo	2,9	-	3,0	3,2
	Kookospähkinähappo	-	3,0	-	-
5	Natriumkloridi	1,0	1,0	1,5	1,5
	Natriumsulfaatti	1,5	1,5	1,85	1,5
	Parafiini (sp.55 °C)	14,7	17,0	10,0	10,7
	Triglyseridi I-8				
	kovavaha	-	-	-	-
10	Polyoksietyleni				
	WSR-35	-	-	-	-
	Titaanidioksidi	0,2	0,2	0,2	0,2
	Hajuste	1,0	1,0	1,0	1,0
	Vesi	10,1	8,7	9,3	6,8
15	Sekalaiset	3,1	2,6	1,7	4,2
	Yhteensä	100,0	100,0	100,0	100,0

20 ^{x)} Emersol 132 (Emery Industries) on todellisuudessa stea-
raatin ja lauraatin seos, jonka tiitteri on noin 55 ja
maksimi jodiluku 0,5.

		Esim. 1	Esim. 2	Esim. 3	Esim. 4
	Suopa 1 (pehmeämassasuopa "1" koe, kuvattu edellä)				
	Märkä (g) ^x	0,66	1,44	1,51	1,93
25	Kuiva (g)	0,58	0,52	1,11	0,86
	Keskiarvo	0,62	0,98	1,31	1,40
	Suopa 2 (menetelmä kuvattu edellä)				
	5 ml ^{xx}	7,5	7,5	6,5	7,5
30	pH	8,02	7,45	7,55	7,41
	Saippua/vapaa				
	rasvahappo-suhde	10:1	11:1	12,2:1	7:1

^{x)} Pienemmät luvut ovat parempia.

^{xx)} Suuremmat luvut ovat parempia.

Vaahtoavan, miedon synteettisen pinta-aktiivisen aineen; magnesiumsaippuan; maaperää kuormittamattoman, vaahtoamattoman pinta-aktiivisen aineen; ja maaperää kuormittavan laimentimen kokonaismäärät esimerkeissä 1 - 4
5 ovat seuraavat:

	Kokonaismäärät	Esim.1	Esim.2	Esim. 3	Esim. 4
	Mieto vaahtoava syn-				
	teettinen pinta-ak-				
10	tiivinen aine	21,5	30,25	31,53	45,54
	Magnesiumsaippua	29,7	33,0	38,0	22,5
	Maaperää kuormit-				
	tamaton, vaahto-				
	maton laimennin				
15	(Mg-saippua mukaan-				
	luettuna)	42,6	34,75	39,47	25,36
	Maaperää kuormit-				
	tava laimennin				
	(FFA, vaha, tri-				
20	glyseridi)	17,68	20,0	13,0	13,9
	Mg-saippua/syn-				
	teettinen pesu-				
	aine yhteensä	0,9:1	1:1	1,15:1	0,5:1

25 Taulukko 1 (jatkoa)

		Esim. 5	Esim.6	Esim.7	Esim. 8
	Aineosa	paino-%	paino-%	paino-%	paino-%
	Magnesiumsaippua				
	(kokoaatti)	-	-	-	-
30	(lauraatti)	12,8	24,0	-	-
	(stearaatti *)	-	-	10,0	-
	(75 tali/25 palmun-				
	ydinsuola)	-	-	-	27,6

	Natriumsaippua (50 tali/50 palmun- ydinsuola)	-	-	-	-
5	Natriumsetera- ryylisulfaatti	32,1	-	14,0	-
	Natriumkokoyyli- glyseryylieetteri- sulfonaatti	17,1	35,0	32,0	13,6
10	Natriumlauro- yylisarkosi- naatti	7,4	7,0	10,0	15,9
	C ₁₂₋₁₃ -alkyyliidi- metyyliamiini- oksidi	-	-	-	2,3
15	Lauriinihappo	3,2	3,0	5,0	-
	Kookospähkinähappo	-	-	-	7,9
	Natriumkloridi	1,5	1,5	1,5	3,7
	Natriumsulfaatti	1,5	1,5	1,85	0,6
	Parafiini				
20	(sp. 55 °C)	12,6	13,0	13,0	-
	Triglyseridi I-8				
	kovavaha	-	-	-	16,1
	Polyoksietyleni				
	WSR-35	-	-	-	0,4
25	Titaanidioksidi	0,2	0,2	0,2	0,25
	Hajuste	1,0	1,0	1,0	1,0
	Vesi	7,4	10,2	7,5	9,0
	Sekalaiset	3,2	3,6	3,6	1,6
	Yhteensä	100,0	100,0	100,0	100,0

30

*) Emersol 132 (Emery Industries)

		Esim.5	Esim.6	Esim.7	Esim.8
	Suopa 1				
	Märkä (g) ^{x)}	2,35	2,38	4,26	N/A
	Kuiva (g)	1,37	1,64	2,00	N/A
5	Keskiarvo	1,86	2,01	3,10	N/A
	Suopa 2				
	5 ml ^{xx)}	7,5	7,0	6,5	8,0
	pH	7,97	7,57	7,59	8,00
	Saippua/vapaa				
10	rasvahapposuhde	4:1	8:1	2:1	3,5:1

^{x)} Pienemmät koot ovat parempia

^{xx)} Suuremmat koot ovat parempia

N/A = Ei saatavissa

15

Synteettisten pinta-aktiivisten aineiden kokonaismäärä esimerkissä 7 on 56 % ja veden määrä on 7,5 %; Mg-saippuan suhde kaikkiin synteettisiin pesuaineisiin on 0,18:1. Suopautumisia voitaisiin parantaa esimerkissä 7 pienentämällä veispitoisuutta alle noin 7 %:n. Huomaa, että esimerkillä 5, jonka synteettisten pesuaineiden kokonaismäärä on 56,6 % ja Mg-saippuan suhde kaikkiin synteettisiin pesuaineisiin on 0,22:1, mutta jonka Mg-saippuapitoisuus on suurempi, nimittäin 12,8 % 10%:n sijasta, on parempi suopautuvuus huolimatta esimerkkien 5 ja 7 yhtä suurista vesipitoisuuksista.

20

25

Parannettujen suopautumisten osalta on huomattava, että kun magnesiumsaippuan pitoisuus on pieni, esim. 10 % tai pienempi ja kun kaikkien synteettisten pinta-aktiivisten aineiden suhde magnesiumsaippuaan on yli 5:1, palasaippuan vesipitoisuuden tulisi olla noin 2 - 7 %, edullisesti noin 2,5 - 6 % parannetun suopautuvuuden saavuttamiseksi.

30

Taulukko 2

Vertailuesimerkit A - C

		Esim. A	Esim. B	Esim. C
	Aineosa	paino-%	paino-%	paino-%
5	Natrium C ₁₂ /C ₁₄ /C ₁₆ /C ₁₈ - 58/21/10/9 % (AGS)	48,2	-	-
	Natriumlayroyylisarko- sinaatti	12,5	-	-
10	Natriumkokoyyli- isetionaatti	-	49,1	-
	Natrium-lineaarinen alkyylibentseeni- sulfonyaatti	-	2,0	-
	Lauriinihappo	6,5	-	-
15	Steariinihappo	9,8	25,0	-
	Natriumkloridi	5,3	0,5	0,81
	Natriumsulfaatti	1,3	-	-
	Natriumisetionaatti	-	6,0	-
	Natriumsaippua			
20	(60 stearaatti/- 40 lauraatti)	7,2	12,0	-
	(85 tali/15 kokoaatti)	-	-	-
	(75 tali/25 kokoaatti)	-	-	75,25
	Titaanidioksidi	0,25	0,4	-
25	Hajuste	1,0	1,0	0,16
	Vesi	3,5	4,0	23,5
	Sekalaiset	4,4	-	0,28
	Yhteensä	100,0	100,0	100,0

- 30 Vertailuesimerkki A on ultramieto palasaippua, jolla on melko hyvä suopautuvuus, suunnilleen sama kuin palasaippualla "B", joka on mieto, kaupallisesti saatava saippua/synteettinen palasaippua. Tämän keksinnön vastaavilla miedoilla palasaippuilla, esim. esimerkeillä 1 - 6 ja 8
- 35 on parannetut suopautuvuudet verrattuna esimerkkiin A sa-

5 moin kuin standardi vertailuesimerkkiin B, joka on palasaippua "B". Vertailuesimerkki C on johtava puhtaaseen saippuaan perustuva palasaippua, jonka tarkoituksena on osoittaa tämän keksinnön palasaippuoiden ylivoimainen mietous siihen verrattuna.

		Esim. A	Esim. B	Esim. C
	Suopa 1			
	Märkä (g) ^{x)}	3,20	3,66	-
10	Kuiva (g)	1,50	1,42	-
	Keskiarvo	2,35	2,55	-
	Suopa 2			
	5 m ^{xx)}	7,5	7,0	7,0
	pH	7,3	7,3	9,5
15	Saippua/vapaa rasva-happosuhde	0,4:1	0,5:1	1:0

^{x)} Pienemmät luvut ovat parempia

^{xx)} Suuremmat luvut ovat parempia.

20

Esimerkeissä käytettyjen pinta-aktiivisten AGS-yhdisteiden yhteenveto

	Ketjunpituusjakautuma, %				C ₁₆₋₁₈ -ketjunpituutta, %
25	Esim.	C₁₂	C₁₄	C₁₆	C₁₈
	1 - 8	68	25	7	-
	A ^{x)}	58	21	10	9

30

^{x)} Vertailuesimerkki A.

Esimerkkien 1 - 6 keskimääräiset suopautuvuudet ovat paremmat kuin vertailuesimerkissä A huolimatta sen AGS-yhdisteiden korkeammasta alkyyliketjujakautumasta, jossa on enemmän C₁₆:a ja 9 % C₁₈:a AGS:n painosta.

35

Mietouskokeen tulokset

	Taivutuskoe ²⁾	Punotus
	Esim. C	2,42
	Esim. 4	1,18
5	Esim. 3	0,90
	Esim. 7	0,68
	Esim. B	0,65 - 1,29
	Esim. 8	1,59 aiempi koe
	Esim. A	1,09 aiempi koe

10

Edellä esitetyissä taivutuskokeen punotustuloksissa mitä pienempi punotus, sitä miedompi henkilökohtainen pesuaine. Esimerkin C vertailupalasaippualla, joka on johdettava täysin saippuaan perustuva palasaippua, on korkein

15 punotusluokitus arvoltaan 2,42. Esimerkeillä 4, 3 ja 7 on vastaavat punotusluokitukset kuin palasaippualla "B", jonka luokitukset ovat noin 0,65 - 1,29, jotka arvot ovat alin ja korkein neljästä palasaippuan "B" luokituksesta. Esimerkkien 4, 3 ja 7 punotusluokitukset ovat samassa jär-

20 jestyksessä 1,18; 0,90 ja 0,68. Esimerkin 8 ja vertailuesimerkin A punotusluokitukset ovat paremmat kuin esimerkin C täysin saippuaan perustuvalla palasaippualla ja ne ovat lähellä palasaippuan "B" arvoja.

Palasaippuan "B" tulokset 0,65 - 1,29 ovat alin ja

25 korkein neljästä rinnakkaisesta taivutuskokeesta esimerkeillä C, 4, 3 ja 7. Vaikka esimerkkien 8 ja A taivutustulokset eivät ole osa esimerkkien C, 4, 3 ja 7 koesarjaa, ne esitetään tarkoituksena antaa ymmärtää, että esimerkki 8 ei ole yhtä hyvä kuin "B", mutta on miedompi kuin täysin saippuaan perustuva palasaippua, vertailuesimerkki C. Huo-

30 mautetaan, että esimerkillä 8 on vähemmän edullinen rasvaaine, erityisesti alempi tiitteri (37) ja korkeampi jodiluku (38) kuin esimerkeillä 4, 3 ja 7. Esimerkkien 4, 3, 7 ja 8 tiitterit ja jodiluvut ovat:

35

	Esimerkki	Tiitteri	Jodiluku
	4	41 - 44	Maksimi 1,0
	3	54,5 - 55,5	Maksimi 0,5
	7	54,5 - 55,5	Maksimi 0,5
5	8	37	38

Viitaten taulukkoon 1, esimerkillä 8 on kuitenkin erinomainen suopa 2, arvoltaan 8.

10 **Kyynärvarren kliininen koe^{x)}**

	Esimerkki	Punaisuus	Kuivuus
	Esim. 8	1,18	1,68
	Esim. A	1,19	1,66
	Esim. A	1,16	1,70
15	Esim. B	1,70 S	2,22 S
	Esim. 2	1,37	1,44
	Esim. B	1,69 S	1,63 S

^{x)} Pienemmät luvut ovat parempia.

20 S = Merkitsevyys 90 - 95 %:n luotettavuudella.

Kyynärvarren kliinisen kokeen tulokset antavat ymmärtää, että esimerkit 8, 9 ja 2 ovat kaikki parempia kuin "B" sekä punaisuuden että kuivuuden suhteen. Esimerkit 8 ja A ovat suunnilleen yhtä hyviä ja A on merkittävästi parempi kuin B. Myös esimerkki 2 on merkittävästi parempi kuin "B".

Esimerkillä 2 on myös ylivoimaiset supautuvuudet verrattuna esimerkkiin "B", kuten taulukoissa 1 ja 2 esitetään; keskimääräiset suopautuvuudet ovat 0,98 esimerkillä 2 verrattuna esimerkin "B" arvoon 2,55, mikä osoittaa merkittävää etua esimerkille 2. Suopautuvuudet 2 ovat 7,5 esimerkillä 2 verrattuna esimerkin "B" arvoon 7,0, mikä on lievä etu esimerkille 2.

Asiantuntijaraati vertasi eräitä esimerkin 2 tunto-
35 ominaisuuksia palasaippuan "B" vastaaviin. Tulokset ovat:

esimerkillä 2 on tunto-ominaisuudet, tiiveys, tasaisuus ja pehmeys, jotka ovat vertailukelpoisia palasaippuan "B" vastaavien kanssa. Tiiveystulos on yllättävä ottaen huomioon, että esimerkissä 2 on läsnä 33 % magnesiumsaippuaa.

Patenttivaatimukset:

1. Mieto henkilökohtainen pesupalasaippua, t u n -
5 n e t t u siitä, että se sisältää noin 20 - 50 % vaah-
toavaa, mietoa synteettistä pinta-aktiivista ainetta ja
noin 5 - 50 % magnesiumsaippuaa; että mainitun vaahtoavan
miedon synteettisen pinta-aktiivisen aineen ja mainitun
saippuan välinen suhde on noin 10:1 - 0,4:1 ja mainitun
10 palasaippuan pH on noin 6,5 - 8,5 1 %:sena vesiliuoksena
25 °C:ssa.

2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen mieto henkilökoh-
tainen pesupalasaippua, t u n n e t t u siitä, että mai-
nittua magnesiumsaippuaa on noin 10 - 45 %; mainittu suhde
15 on noin 5:1 - 0,5:1; mainitun palasaippuan vesipitoisuus
on noin 2 - 15 %; ja mainittu pH on noin 7 - 8.

3. Patenttivaatimuksen 1 tai 2 mukainen mieto hen-
kilökohtainen pesupalasaippua, t u n n e t t u siitä,
että mainitun vaahtoavan, miedon synteettisen pinta-aktii-
20 visen aineen ja mainitun Mg-saippuan välinen suhde on noin
4:1 - 0,6:1 ja mainittu vesipitoisuus on noin 4 - 10 %;
edullisesti että mainittu palasaippua sisältää noin 1 -
10 % vapaata rasvahappoa ja mainitun magnesiumsaippuan ja
mainitun vapaan rasvahapon välinen suhde on noin 50:1 -
25 0,5:1 ja että mainitulla saippualla ja rasvahapolla on
tiitteri välillä 15 - 80 ja jodiluku välillä 0 - noin 50.

4. Patenttivaatimuksen 1, 2 tai 3 mukainen mieto
henkilökohtainen pesupalasaippua, t u n n e t t u siitä,
että mainittu palasaippua sisältää noin 2 - 9 % vapaata
30 rasvahappoa ja mainitun magnesiumsaippuan ja mainitun va-
paan rasvahapon välinen suhde on noin 15:1 - 2:1 ja jodi-
luku on 0 - noin 15 ja mainittu tiitteri on noin 40 - 75.

5. Patenttivaatimuksen 1, 2, 3 tai 4 mukainen mieto
henkilökohtainen pesupalasaippua, t u n n e t t u siitä,

että mainittu magnesiumsaippua on valmistettu joko ionin-
vaihhdolla tai neutraloinnilla.

6. Patenttivaatimuksen 1, 2, 3, 4 tai 5 mukainen
mieto henkilökohtainen pesupalasaippua, t u n n e t t u
5 siitä, että palasaippua sisältää elektrolyyttiä noin 1 -
10 %:n pitoisuuden; edullisesti noin 2 - 5 %.

7. Patenttivaatimuksen 1, 2, 3, 4, 5 tai 6 mukainen
mieto henkilökohtainen pesupalasaippua, t u n n e t t u
10 siitä, että mainittu palasaippua sisältää noin 1 - 40 %
hydrofobista materiaalia, joka on valittu ryhmästä, johon
kuuluvat vahat; ja muuta hydrofobista materiaalia, johon
kuuluvat vapaat rasvahapot, jotka sisältävät noin 8 - 18
hiiliatomia; mono- di- ja triglyseridit; rasva-alkoholit,
15 jotka sisältävät noin 8 - 18 hiiliatomia; ja niiden seok-
set; mainitun koostumuksen sisältäessä korkeintaan noin
25 % mainittuja vahoja ja korkeintaan noin 15 % mainittua
muuta hydrofobista materiaalia.

8. Patenttivaatimuksen 7 mukainen mieto henkilökohtainen
pesupalasaippua, t u n n e t t u siitä, että mai-
20 nittu vahapitoisuus on noin 5 - 20 %; ja/tai että mainittu
palasaippua sisältää maaperää kuormittamatonta, synteet-
tistä pinta-aktiivista laimenninta 5 - 40 %:n pitoisuuden;
ja edullisesti että mainittu maaperää kuormittamaton syn-
teettinen pinta-aktiivinen laimennin sisältää vähintään
25 90 % tyydyttyneitä C_{16-18} -alkyyliketjuja; ja edullisesti
että mainitun synteettisen pinta-aktiivisen laimentimen
pitoisuus on 10 - 35 %.

9. Mieto henkilökohtainen pesupalasaippua, t u n -
n e t t u siitä, että se sisältää noin 20 - 50 % vaah-
30 toavaa, mietoä synteettistä pinta-aktiivista ainetta ja
noin 5 - 50 % magnesiumsaippuaa; että mainitun vaahtoavan,
miedon synteettisen pinta-aktiivisen aineen ja mainitun
saippuan välinen suhde on noin 10:1 - 0,4:1; noin 1 - 10 %
elektrolyyttiä; ja noin 2 - 15 % vettä; mainitun pala-
35 saippuan pH on noin 6,5 - 8,5 1 %:sena vesiliuoksena

25 °C:ssa; ja että mainittu vaahtoava, mieta pinta-aktiivinen aine on valittu C_{12-14} -alkyyliglyseerylieetterisulfoonaatista ja C_{12-14} -sarkosinaatista ja niiden seoksista; ja edullisesti että mainittua sarkosinaattia on läsnä noin
 5 2 - 25 %:n pitoisuus palasaippuan painosta laskettuna ja mainittu pH on välillä noin 7 - 8.

10. Patenttivaatimuksen 9 mukainen mieta henkilökohtainen pesupalasaippua, t u n n e t t u siitä, että mainittu palasaippua sisältää noin 1 - 40 % hydrofobista materiaalia, joka on valittu ryhmästä, johon kuuluvat vahat; ja muuta hydrofobista materiaalia, johon kuuluvat vapaat rasvahapot, jotka sisältävät noin 8 - 18 hiiliatomia; mono-, di- tai triglyseridit; rasva-alkoholit, jotka sisältävät noin 8 - 18 hiiliatomia; ja niiden seokset;
 15 että mainittu koostumus sisältää korkeintaan noin 25 % mainittuja vahoja; ja että mainittua sarkosinaattia on läsnä noin 3 - 20 %:n pitoisuus; ja edullisesti, että mainittu palasaippua sisältää maaperää kuormittamatonta synteettistä pinta-aktiivista laimenninta 5 - 40 %:n pitoisuuden; edullisemmin, että mainittu maaperää kuormittamatonta synteettinen pinta-aktiivinen laimennin sisältää vähintään 90 % tyydyttyneitä C_{16-18} -alkyyliketjuja ja mainitun synteettisen pinta-aktiivisen laimentimen pitoisuus on
 20 15 - 20 %.

25 11. Patenttivaatimuksen 9 mukainen mieta henkilökohtainen pesupalasaippua, t u n n e t t u siitä, että mainitun vaahtoavan, miedon pinta-aktiivisen aineen pitoisuus on noin 25 - 45 % ja mainittua maaperää kuormittamatonta synteettistä pinta-aktiivista ainetta on noin 15 -
 30 20 %; ja mainittua magnesiumsaippuaa on noin 10 - 40 %.

Patentkrav:

1. Mild, för personlig rengöring avsedd tvålstång,
 5 k ä n n e t e c k n a d därav, att den omfattar ca 20 -
 50 % löddrande milt syntetiskt ytaktivt medel och ca 5 -
 50 % magnesiumtvål; varvid förhållandet mellan nämnda
 löddrande milda syntetiska ytaktiva medel och nämnda tvål
 är ca 10:1 - 0,4:1; och nämnda tvålstång har ett pH från
 10 ca 6,5 - 8,5 i en 1 %:ig vattenhaltig lösning vid 25 °C.

2. Mild, för personlig rengöring avsedd tvålstång
 enligt patentkrav 1, k ä n n e t e c k n a d därav, att
 nämnda magnesiumtvål utgör ca 10 - 45 %; nämnda förhållan-
 de uppgår till ca 5:1 - 0,5:1; nämnda tvålstång har en
 15 vattenhalt från ca 2 - 15 %; och nämnda pH är ca 7 - 8.

3. Mild, för personlig rengöring avsedd tvålstång
 enligt patentkrav 1 eller 2, k ä n n e t e c k n a d där-
 av, att förhållandet mellan nämnda löddrande milda syn-
 tetiska ytaktiva medel och nämnda Mg-tvål utgör ca 4:1 -
 20 0,6:1 och nämnda vattenhalt utgör ca 4 - 10 %; varvid fö-
 reträdesvis nämnda tvålstång omfattar ca 1 - 10 % fri
 fettsyra och förhållandet mellan nämnda magnesiumtvål och
 nämnda fria fettsyra utgör ca 50:1 - 0,5:1 och vari nämnda
 tvål och fettsyra har en titer från 15 - 80 och ett jod-
 25 värde från 0 - ca 50.

4. Mild, för personlig rengöring avsedd tvålstång
 enligt patentkrav 1, 2 eller 3, k ä n n e t e c k n a d
 därav, att nämnda tvålstång omfattar ca 2 - 9 % fri fett-
 syra och förhållandet mellan nämnda magnesiumtvål och
 30 nämnda fria fettsyra utgör ca 15:1 - 2:1 och nämnda jod-
 värde är 0 - ca 15 och nämnda titer är ca 40 - 75.

5. Mild, för personlig rengöring avsedd tvålstång
 enligt patentkrav 1, 2, 3 eller 4, k ä n n e t e c k n a d
 därav, att nämnda magnesiumtvål framställts antingen genom
 35 jonbyte eller genom neutralisering.

6. Mild, för personlig rengöring avsedd tvålstång enligt patentkrav 1, 2, 3, 4 eller 5, k ä n n e t e c k n a d därav, att nämnda tvålstång omfattar elektrolyt i en grad av ca 1 - 10 %; företrädesvis ca 2 - 5 %.

5 7. Mild, för personlig rengöring avsedd tvålstång enligt patentkrav 1, 2, 3, 4, 5 eller 6, k ä n n e t e c k n a d därav, att nämnda tvålstång omfattar 1 - ca 40 % hydrofobiskt material, i valt ur gruppen bestående av vaxer; och annat hydrofobiskt material inklusive fria
10 fettsyror med ca 8 - 18 kolatomer; mono-, di- och triglycerider; fettalkoholer med ca 8 - 18 kolatomer; och blandningar av dessa; varvid nämnda komposition omfattar maximalt 25 % av nämnda vaxer och maximalt ca 15 % av annat hydrofobiskt material.

15 8. Mild, för personlig rengöring avsedd tvålstång enligt patentkrav 7, k ä n n e t e c k n a d därav, att vaxhalten är ca 5 - 20 %; och/eller att nämnda tvålstång omfattar ett icke smutsupptagande utspätt syntetiskt ytaktivt medel i en grad från 5 - 40 %; och företrädesvis att
20 nämnda icke smutsupptagande utspädda syntetiska ytaktiva medel omfattar åtminstone 90 % mättade C₁₆₋₁₈-alkylkedjor; och företrädesvis att halten av nämnda utspädda syntetiska ytaktiva medel är 10 - 35 %.

25 9. Mild, för personlig rengöring avsedd tvålstång, k ä n n e t e c k n a d därav, att den omfattar ca 20 - 50 % löddrande milt syntetiskt ytaktivt medel och ca 5 - 50 % magnesiumtvål; varvid förhållandet mellan nämnda löddrande milda syntetiska ytaktiva medel och nämnda tvål är ca 10:1 - 0,4:1; ca 1 - 10 %, elektrolyt; och ca 2 -
30 15 % vatten; varvid nämnda tvålstång har ett pH från ca 6,5 - 8,5 i en 1 %:ig vattenhaltig lösning vid 25 °C; och att nämnda löddrande milda ytaktiva medel valts bland C₁₂₋₁₄-alkylglyceryletersulfonat och C₁₂₋₁₄-sarkosinat och blandningar av dem; och företrädesvis att sarkosinatet är

närvarande i en grad från 2 - ca 25 %, baserat på tvålstängens vikt och nämnda pH är ca 7 - 8.

- 5 10. Mild, för personlig rengöring avsedd tvålstång enligt patentkrav 9, k ä n n e t e c k n a d därav, att
nämnda tvålstång omfattar 1 - ca 40 % hydrofobiskt material, i valt ur gruppen bestående av vaxer; och annat hydrofobiskt material inklusive fria fettsyror med ca 8 - 18 kolatomer; mono-, di- och triglycerider; fettalkoholer med ca 8 - 18 kolatomer; och blandningar av dessa; varvid
10 nämnda komposition omfattar maximalt 25 % av nämnda vaxer och maximalt ca 15 % av annat hydrofobiskt material; och varvid nämnda sarkosinat är närvarande i en grad från ca 3 - 20 %; och företrädesvis att nämnda vaxhalt utgör ca 5 - 20 %; och företrädesvis att nämnda tvålstång omfattar
15 ett icke smutsupptagande utspätt syntetiskt ytaktivt medel i en grad från 5 - 40 %; och ännu hellre att nämnda icke smutsupptagande utspädda syntetiska ytaktiva medel omfattar åtminstone 90 % mättade C₁₆₋₁₈-alkylkedjor och graden av nämnda utspädda syntetiska ytaktiva medel utgör 15 - 20 %.
- 20 11. Mild, för personlig rengöring avsedd tvålstång enligt patentkrav 9, k ä n n e t e c k n a d därav, att graden av nämnda löddrande milda ytaktiva medel utgör ca 25 - 45 % och nämnda icke smutsupptagande syntetiska ytaktiva medel utgör ca 15 - 20 %; och nämnda magnesiumtvål
25 utgör ca 10 - 40 %.