

(19) HU

MAGYAR
NÉPKÖZTÁRSASÁG



ORSZÁGOS
TALÁLMÁNYI
HIVATAL

SZABADALMI LEÍRÁS

(11) (13)

191 173B

Nemzetközi
osztályjelzet:
(51) Int. Cl.₄:
A 61 K 7/46;
C II D 3/50

(21) (3141/80) (22) A bejelentés napja: 80. 12. 29.

A bejelentés elsőbbsége:

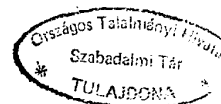
(33) CS

(32) 79. 12. 29.

(31) (PV 9596, PV 9597)

(41) (42) Közzététel napja: 84. 02. 28.

(45) A leírás megjelent: 89. 03. 10.



Feltaláló(k): (72)

Bares Milag, vegyész, Prága, Zajic Jiri, docens, vegyész, Prága, Veruovic Budimir, vegyész, Prága, prof. Králicek Jaroslav, vegyész, Prága, Kubánek Vladimír, vegyész, Kvetna, Soucek Jiri, vegyész, Prága, Haumer Jaroslav, vegyész, Rakovník, Klecan Václav, vegyész, Rakovník, CS

Szabadalmas: (73)

Vysoká škola chemicko-technologická, Prága, CS

(54)

ELJÁRÁS ILLATOSÍTOTT DETERGENSEK ELŐÁLLÍTÁSÁRA

(57) KIVONAT

A találmány célja poralakú detergensok hosszantartó illatállandóságát – különösen hosszú idejű tárolás alatt – detergensen felhasznált kevesebb mennyiségű illatanyag esetén is biztosítani.

Az illatanyagot porózus hordozóra adszorbeáltatjuk, a hordozót poralakú detergensben keveréssel egyenletesen eloszlatják. Porózus hordozóként hidra-

tált szilícium-dioxidot, poli(etilén-tereftalát)-ot, poli-amid-6-poli(fenilén-oxid)-ot vagy akrilo-nitril (butadién) sztírol kopolimert használnak. A találmány előmosó-, áztató- és mosószerek, valamint illatosított poralakú kozmetikai és dezodorálószerek gyártására használható.

A találmány tárgya eljárás olyan illatosított detergens, különösen poralakú mosó- és tisztítószerek előállítására, amelyek illatanyagainak tárolás alatti stabilizálását az illékonyág csökkentésével és a kémiai változásokkal szembeni ellenállóképesség növelésével oldja meg.

Az eddig ismert poralakú mosó- és tisztítószereket tenzidek, túlnyomórészt anionaktív tenzidek porlasztott vizes szuszpenziójának és adalékanyagok, így például bázisos polifoszfátok, bázisos szilikátok, nátrium-szulfát, bórax, nátrium-karbonát, nitrilo-triecet- vagy etilén-diamin-tetraecetsav-nátrium-só bázisú szerves kelátképző anyagok, karboxi-metil-cellulóz, optikai fehéritőanyagok és egyéb anyagok összekeverésével állítják elő porlasztásos szárítótornyokban melegen vagy hidegen. A száraz köztterméket ezután további poralakú, adott esetben folyékony komponensekkel homogenizálják, így például nátrium-peroxiboráttal, polifoszfátokkal, bázisos proteázokkal és amilázokkal, nemionos tenzidekkel és egyéb hasonló anyagokkal, melyek általában vízben és magasabb hőmérsékleten végzett szárítás közben kevésbé stabilak, adott esetben gazdaságilag előnyösebb ceket előzetes vízben végzett feloldás nélkül közvetlenül a termékbe adagolni. Az így előállított poralakú detergenset a gyakorlatban a termelés utolsó fázisában fűvókával porlasztott folyékony illatanyaggal illatosítják.

Hasonló elven nyugodnak a tisztítószerek eddig ismert előállításai, ahol a porlasztott oldat vagy szuszpenzió szárítása során előnyösen kihasználható a magas szerves adalékanyag-tartalom, amely képes az oldat vagy szuszpenzió víztartalmát megkötni, a száraz, általában változó részecskeszervezetű és formájú poralakú termék porlasztott vagy diszpergált illatkompozíció bepermetezésével illatosítható.

Az ismert eljárások közös jellemzője, hogy az illatanyagot utólag viszik rá a homogén detergenskeverékre (Amer. Perfum. Cosmet. 81, 10. 51-2 (1966); 3 576 760. sz. USA-beli szabadalmi leírás, 3 772 215. sz. USA-beli szabadalmi leírás, 165 722. sz. csehszlovák szabadalmi leírás és 137 599. sz. NDK-beli szabadalmi leírás).

A detergens előállítására szolgáló ezen eljárások hátránya az, hogy az illatanyagok részleges elillanásával már a gyártás során számolni kell, és a poralakú detergens közvetlen bepermetezésével az egyes komponensek eltérő szorpcióképessége miatt az illatanyag tartalom tekintetében nem érhető el egyenletes homogenitás. Az eljárás további hátránya az, hogy a párolgás miatt a tárolás során jelentősen növekszik az illatanyag-vesztés, valamint az egyes komponensek kémiai változásának hatására megváltozik az illat eredeti karaktere és intenzitása. Ezek a tények csökkentik az illatanyagok felhasználhatóságát poralakú detergens illatosítására. A detergens tulajdonságainak hosszabb tárolási idő utáni fenntartásához nagyobb mennyiségű illatanyag adagolása szükséges és ez az eredeti termékben egy magasabb illatanyag-tartalom beállítását és az illatanyag gazdaságtalan felhasználását jelenti. Ismertek olyan poralakú detergens, melyekben az illatanyagok stabilitását amorf kovavhidráttal próbálták növelni oly módon, hogy azokat az illatanyagokkal együtt a szokásos módon elegyítették a detergenssel. Ezekben a készítményekben fél-

éves tárolás után is megmaradt az adagolt illatanyag-mennyiség 30-50 %-a, míg a stabilizáló adalékanyag nélküli készítményekben ugyanilyen tárolási idő után csak körülbelül 10 % illatanyag maradt. A módszer hátránya ugyanaz mint a korábban említett módszereké, vagyis, hogy az illatanyagot a poralakú detergensre porlasztják, ami ezen kívül még az amorf kovavhidrátot is tartalmazza, és ennek következtében a tárolási idő alatti deszorpció nem eléggé meghatározott, szabályozható és csökkentett.

A detergens, különösképpen a poralakú mosó- és tisztítószerek előállításának felsorolt hátrányait a találmány szerinti eljárás úgy küszöböli ki, hogy a készítmény egyes komponenseit a szükséges arányban összekeverjük, az illatanyagot hozzáadjuk és a keveréket homogenizáljuk. A találmány elve az, hogy az illatanyagot - mielőtt a keverék többi komponenseihez adagoljuk - porózus hordozóanyag, előnyösen hidratált szilícium-dioxidon, poli(etilén-tereftalát)-on, poliamid-6-poli(fenilén-oxid)-on vagy akrilnitril-butadién sztírol kopolimerizátumon adszorbeáljuk. A hordozóanyag szorbeált illatanyagot 0,05-10 tömeg%, előnyösen 0,2-1,0 tömeg% mennyiségben adagoljuk a poralakú detergenshez és teljesen homogenizáljuk. A szorbens illatanyag tartalma 10-65 tömeg% között van.

A detergens előállítására szolgáló találmány szerinti eljárás kihasználja az illatosított szorbensek mindazon előnyös tulajdonságait, amit a szilárd hordozóanyagra felvitt illatanyagok stabilitása nyújt. Ez a stabilitás az illatanyagok meghatározott, szabályozható és jelentősen csökkentett mértékű deszorpciójából, és a szorbens fizikai és fizikai-kémiai tulajdonságaiból származik, ami lehetővé teszi azok közvetlen összekeverését a poralakú detergenssel, és ez a homogenizálás után olyan terméket eredményez, melyben a porózus hordozóra felvitt illatanyag a poralakú detergens teljes térfogatában egyenletesen van elosztva. A detergens előállítására szolgáló találmány szerinti eljárás előnye az eddig ismert eljárásokkal szemben az, hogy az illatanyagok adszorbeálására szolgáló hordozóanyag részecskénagyságát beállíthatjuk úgy, hogy az illatosított szorbens fizikai tulajdonságai, különösképpen a térfogatsúlya megfelelően a poralakú detergens térfogatsúlyának. Így a komponensek egyszerű keverése homogén terméket eredményez, amely hosszabb tárolási idő után is állandó marad. A szorbens tulajdonságai lehetővé teszik a felvitt illatanyagok stabilizálását, és ezáltal a poralakú detergens tárolása alatti kémiai változásokból eredő elimináció és illékonyág jelentős csökkentését, ami a jellemző illat állandóságát eredményezi. Az illatanyagot tartalmazó porózus szorbens további előnyös tulajdonsága az, hogy kiemeli az eredeti illatkompozíció intenzitását és karakterét.

A detergens előállítására szolgáló találmány szerinti eljárás hatása tehát az, hogy a detergens egyéb komponenseihez való hozzákeverés előtt egy porózus hordozóra felvitt illatanyag alkalmazása biztosítja a készítmény magas illatintenzitását hosszabb tárolási idő után is, ami az illatanyag kihasználás jelentős növelését és az eredeti hasznos tulajdonságok fenntartását eredményezi. A találmány szerinti eljárás további előnye, hogy 50-60 %-kal kevesebb illatanyaggal ugyanolyan vagy akár magasabb illatintenzitás bizto-

sítható még hosszabb tárolási idő után is, mint az illatosított detergensnek előállítására ismert eddigi eljárásokkal.

A poralakú detergensnek előállítására szolgáló találmány szerinti eljárást az alábbi példákkal ismertetjük részletesebben:

1. példa

Poralakú detergenst állítunk elő oly módon, hogy elkeverünk 39,5 tömegrész A keveréket, amelyet szárítótoronnyba beporslasztva szárítottunk és amelynek összetétele a következő:

25 tömeg% nátrium-dodecil-benzol-szulfonát, 2 tömeg% karboxi-metil-cellulóz, 40 tömeg% trinátrium-polifoszfát, 6 tömeg% nátrium-szilikát, 1,5 tömeg% optikai fehéritőszer, és 25,5 tömeg% nátrium-szulfát, 60,2 tömegrész B keverékkel, melynek összetétele: 30 tömeg% szappan magasabb szénatomszámú zsírsavak nátriumsóiból, 60 tömeg% nátrium-karbonát és 10 tömeg% nátrium-szulfát. Az így kapott poralakú detergenst elkeverjük 0,3 tömegrész illatosított szorbenssel, melynek összetétele: 50 tömeg% porózus hidratált szilícium-dioxid és 50 tömeg% illatanyag kompozíció, amely eukaliptuszolajból, benzoe- és toluilsavszármazékokból, terpenil- és dehidrolin-alilacetáttól áll. Ily módon homogén mosószert kapunk, melynek illata intenzív és jellemző mind szilárd állapotban, mind vizes oldatban. A példa szerint előállított mosószert illatának intenzitása és karaktere gyakorlatilag 12 hónapos tárolás után is változatlan (organoleptikus vizsgálat és összehasonlítás a standarddal). A detergens kvantitatíven analitikailag meghatározott parfümtartalma az eredeti parfümtartalomra vonatkoztatva 70 tömeg%, szemben az azonos összetétellel, de nem stabilizált parfümmel készített detergens 30 tömeg%-os parfümtartalmával.

2. példa

95,0 tömegrész 1. példa szerinti előállított poralakú detergenst elkeverünk 5 tömegrész illatosított szorbenssel, amely 97 tömeg% porózus hidratált szilícium-dioxidot és 3 tömeg% 1. példa szerinti illatkompozíciót tartalmaz. Az így módon előállított mosószert tulajdonságai az illatkompozíció stabilitása tekintetében 12 hónapos tárolás után is ugyanolyanok mint az 1. példában.

3. példa

99,7 tömegrész 1. példa szerint előállított poralakú detergenst elkeverünk 0,3 tömegrész illatosított szorbenssel, amely 67 tömeg% poli(etilén-tereftalát) alapú porózus hordozóból és 33 tömeg% 1,8-mentadiéndipentén és verátrum alapú illatkompozícióból áll. Ily módon intenzív és jellemző illatú homogén mosószert kapunk, amely 12 hónapos tárolás után is ugyanolyan tulajdonságokkal rendelkezik, mint az 1. példa szerinti termék.

4. példa

A szokásos módon előállítunk egy poralakú detergenst, melynek összetétele: 8,6 tömeg% nátrium-dodecil-benzol-szulfonát, 5,4 tömeg% szappan magasabb szénatomszámú zsírsavak nátriumsóiból, 29 tömeg% trinátrium-polifoszfát, 5,9 tömeg% nitrilo-triacetsav-nátriumsó, 23,7 tömeg% nátrium-szulfát, 1,6 tömeg% karboxi-metil-cellulóz, 21,5 tömeg% nátrium-karbonát, 0,3 tömeg% optikai fehéritőszer, 0,5 tömeg% nonil-poli(glikoléter), 3,2 tömeg% 300.000 egység aktivitású bázikus proteáz. Ezt a készítményt elkeverjük 0,3 tömegrész illatanyag-hordozóval, ami porózus hidratált szilícium-dioxid és egy illatkompozíció 1 : 1 arányú keverékéből áll. A felhasznált kompozíció geraniolt, geranilacetátot, terpinolt és difeniloxidot tartalmaz. Az így módon előállított poralakú mosószert 12 hónapos tárolás után is megtartja illatának eredeti intenzitását és karakterét mind szilárd állapotban, mind vizes oldatban (szubjektív organoleptikus vizsgálat és összehasonlítás a standarddal). A detergens analitikailag meghatározott parfümtartalma az eredeti parfümtartalomra vonatkoztatva 65 tömeg%, szemben az azonos összetétellel, de nem stabilizált parfümmel készített detergens 35 tömeg%-os parfümtartalmával.

5. példa

A 4. példához hasonló módon poralakú mosószert állítunk elő, amelynek összetétele: 8,1 tömeg% nátrium-dodecil-szulfonát, 5,1 tömeg% szappan magasabb szénatomszámú zsírsavak nátriumsóiból, 10,1 tömeg% nátrium-karbonát, 30,3 tömeg% trinátrium-polifoszfát, 18,2 tömeg% nátrium-szulfát, 19,3 tömeg% nátrium-perborát, 1,5 tömeg% karboxi-metil-cellulóz, 4,1 tömeg% nátrium-szilikát, 2,5 tömeg% etilénoxid-propilénoxid-kopolimerizátum, 0,3 tömeg% optikai fehéritőszer. Ezt a készítményt elkeverjük 0,5 tömegrész illatanyag-hordozóval, ami porózus hidratált szilícium-dioxid és egy illatkompozíció 3 : 1 arányú keverékéből áll. Az illatkompozíció összetétele azonos a 4. példában felhasznált illatkompozíció összetételével. Az így módon előállított mosószert 12 hónapos tárolási idő után is megtartja illatának eredeti intenzitását és karakterét mind szilárd állapotban, mind vizes oldatban.

6. példa

A meleg porlasztásos szárítás szokásos technológiájával az alábbi összetételű áztató- és előmosószert állítjuk elő: 63,9 tömeg% nátrium-karbonát, 2,6 tömeg% nátrium-dodecil-benzol-szulfonát, 2,5 tömeg% nátrium-lauril-szulfonát, 12,8 tömeg% trinátrium-polifoszfát, 12,8 tömeg% nátrium-szilikát, 5,1 tömeg% nátrium-pirofoszfát. Az előállított detergenst 0,3 tömegrész illatanyag-szorbenssel homogenizáljuk, amely porózus hidratált szilícium-dioxid és eukaliptuszolaj alapú illatanyag-kompozíció: 5 : 1 tömegarányú keverékéből áll. Az így módon előállított áztató- és előmosószert 12 hónapos tárolási idő után is meg-

tartja illatának eredeti intenzitását és karakterét mind szilárd állapotban, mind vizes oldatban (organoleptikus összehasonlítás a standarddal). Az analitikailag meghatározott parfümtartalom az eredeti parfümtartalomhoz viszonyítva 90 tömeg%, szemben az azonos összetétellel, de nem stabilizált parfümmel készített detergens 35 tömeg%-os parfümtartalmával.

7. példa

Homogenizálódobban összekeverünk egy alábbi összetételű poralakú tisztítószer: 4,2 tömeg% nátrium-dodecil-benzol-szulfonát, 2,1 tömeg% trinátrium-polifoszfát, 17,9 tömeg% nátrium-pirofoszfát, 33,8 tömeg% nátrium-szulfát, 36,9 tömeg% nátrium-karbonát, 4,8 tömeg% nátrium-szilikát, 0,3 tömeg% illatanyag-hordozó, amely porózus hidratált szilícium-dioxid és egy illatkompozíció 4 : 3 tömegarányú keverékéből áll. A felhasznált illatkompozíció 1,8-mentadiénből, dipenténből és verátrumból áll. Az ily módon előállított poralakú tisztítószer tulajdonságai az illat minősége és intenzitása tekintetében 12 hónapos tárolási idő után is azonosak az előállítás utáni tulajdonságokkal.

8. példa

99,7 tömegrész 1. példa szerint előállított detergenst 0,3 tömegrész illatosított szorbenssel keverjük el, amely 67 tömeg% bázikus poliamid-6 alapú porózus hordozóból és 33 tömeg% 1,8-mentadién, dipentén és verátrium alapú illatkompozícióból áll. Ily módon homogén mosószert kapunk, melynek illata intenzív és jellemző, parfümtartalma 8 hónapos tárolás után az eredeti mennyiségre vonatkoztatva 85 tömeg%, szemben az azonos összetétellel, de nem stabilizált parfümmel készített detergens 30 tömeg%-os parfümtartalmával.

9. példa

99,7 tömegrész 1. példa szerinti detergenst elkeverünk 0,3 tömegrész illatosított szorbenssel, amely 67 tömeg% polifenilén-oxid alapú porózus hordozóból és 33 tömeg% 1,8-mentadién, dipentén és verátrium alapú illatkompozícióból áll. Intenzív és jellemző illatú homogén mosószert kapunk, amely 10 hónapos tárolás után is azonos intenzitású marad (organoleptikus összehasonlítás a standarddal). A kvantitatív parfümtartalom az eredeti mennyiségre vonatkoztatva 95 tömeg%, szemben az azonos összetétellel, de nem stabilizált parfümmel készített detergens 40 tömeg%-os parfümtartalmával.

10. példa

99,7 tömegrész 1. példa szerint előállított detergenst elkeverünk 0,3 tömegrész illatosított szorbenssel,

amely 67 tömeg% akrilonitril-butadién-sztirol-kopolimerizátum (ABS-polimerizátum) alapú porózus hordozóból és 33 tömeg% 1,8-mentadién-dipentén és verátrium alapú illatkompozícióból áll. Intenzív és jellemző illatú homogén mosószert kapunk, amelynek intenzitása akár 12 hónapos tárolás alatt sem változik. Az illatosítás kvalitatív és kvantitatív értékelése a 9. példában megadottakkal azonos eredményt ad.

11. példa

50 tömegrész hidratált szilícium-dioxidot, melynek fajlagos felülete 110 m²/g, elkeverünk 50 tömegrész illatkompozícióval, amely eukaliptuszolajat, benzoe- és toluil-származékokat, terpenil- és dehidrolinalil-acetátot tartalmaz, ahol a kompozíció maximális szorpciója az adott hordozón 2,2 tömegrész előállított per 1 súlyrész hordozó lehet. Homogenizálás után egy jellemző illatú poralakú immobilizált illatanyagot kapunk, amelynek parfümtartalma 9 hónapos tárolás után az eredeti mennyiségre vonatkoztatva 85 tömeg%, szemben az azonos összetétellel, de nem stabilizált parfümmel készített detergens 35 tömeg%-os parfümtartalmával.

12. példa

67 tömegrész poli(etilén-tereftalát) alapú porózus, 70 m²/g fajlagos felületű hordozót elkeverünk 33 tömegrész 1,8-mentadién, dipentén és verátrium alapú illatkompozícióval, ahol a kompozíció maximális szorpciója az adott hordozón 1,6 tömegrész illatanyag per 1 tömegrész hordozó lehet. Homogenizálás után egy poralakú immobilizált illatanyagot kapunk, amely 12 hónapos tárolás után megtartja az alkalmazott parfüm karakterét (organoleptikus összehasonlítás a standarddal). A kvantitatív, analitikailag meghatározott parfümtartalom az eredeti mennyiségre vonatkoztatva 90 tömeg%, szemben az azonos összetétellel, de nem stabilizált parfümmel készített detergens 35 tömeg%-os parfümtartalmával.

Szabadalmi igénypont

Eljárás illatosított detergensok, poralakú mosó- és tisztítószer előállítására az egyes komponensek összekeverésével, az illatanyag hozzáadásával és a keverék homogenizálásával, *azzal jellemezve*, hogy az illatanyagot a keverékhez adagolás előtt porózus hordozón – előnyösen hidratált szilícium-dioxidon, poli(etilén-tereftalát)-on, poliamid-6-poli(fenilén-oxid)-on vagy akrilo-nitril butadién sztirol kopolimeren – adszorbeáltatjuk és az ily módon immobilizált illatanyagot a detergens mennyiségére vonatkoztatva 0,05 – 10 tömeg% – előnyösen 0,2 – 1,0 tömeg% – mennyiségben a keverékhez adagoljuk.

Rajz nélkül

Kiadja az Országos Találmányi Hivatal
A kiadásért felel: Hímer Zoltán osztályvezető
Megjelent a Műszaki Könyvkiadó gondozásában

COPYLUX Nyomdaiipari és Szakszerkesztő Kiszervezet