



(19) Országkód

HU



**MAGYAR
KÖZTÁRSASÁG**

**MAGYAR
SZABADALMI
HIVATAL**

SZABADALMI LEÍRÁS

(11) Lajstromszám:

217 238 B

(21) A bejelentés ügyszám: P 95 01434
(22) A bejelentés napja: 1993. 11. 15.
(30) Elsőbbségi adatok:
9224014.2 1992. 11. 16. GB
(86) Nemzetközi bejelentési szám: PCT/GB 93/02345
(87) Nemzetközi közzétételi szám: WO 94/11487

(51) Int. Cl.⁶

C 11 D 17/06

C 11 D 1/72

(40) A közzététel napja: 1996. 05. 28.
(45) A megadás meghirdetésének a dátuma a Szabadalmi
Közlönyben: 1999. 12. 28.

(72) Feltalálók:

néhai Carter, Malcolm Nigel Alain (NL)
Houghton, Mark Philip, Berkel en Rodenrijs (NL)
Hull, Michael, Warrington, Cheshire (GB)

(73) Szabadalmas:

UNILEVER N. V. Rotterdam (NL)

(74) Képviselő:

DANUBIA Szabadalmi és Védjegy Iroda Kft.,
Budapest

(54)

Szemcsés detergenskészítmény

KIVONAT

A találmány szerinti szemcsés detergenskészítmény sűrűsége ömlesztett állapotban legalább 600 g/l, és 5–50 tömeg% felületaktív rendszert tartalmaz, amely etoxilezett, nemionos felületaktív anyagból, 5–80 tömeg% mennyiségben legalább egy detergensalkotóból és adott esetben 100 tömeg%-hoz szükséges mennyiségben más detergens-alkotórészekből áll. Az etoxilezett, nemionos felü-

letaktív anyag etilén-oxidnak 12-nél kevesebb szénatomos, átlagos alkilánc-hosszúságú alifás alkohollal alkotott, legfeljebb 8-as átlagos etoxilezési fokú kondenzációs termékét tartalmazza, és a felületaktív rendszer legalább 12 szénatomos átlagos lánc-hosszúságú alifás alkohol etilén-oxiddal alkotott, 7-nél kisebb etoxilezési fokú, etoxilezett, nemionos felületaktív anyagoktól mentes.

A találmány nemionos felületaktív anyagokat tartalmazó, szemcsés detergenskészítményekre vonatkozik. A találmány közelebről ömlesztett állapotban nagy sűrűségű, szemcsés detergenskészítményekre vonatkozik, különös tekintettel azokra, amelyek alkálifém-alumino-

szilikát alkotót tartalmaznak. Detergenskészítményekbe bevitt, nemionos felületaktív anyagok kedvező tisztítási tulajdonságokat mutatnak, minthogy hidrofób szennyeződések, így olaj jellegű szénhidrogének, komplex zsírok és egyéb, hosszú szénláncú telítetlen és telített gliceridek eltávolítása szempontjából különösen hatásosak.

Ha azonban nemionos felületaktív anyagokat tartalmazó szemcsés detergenskészítmények vizes oldatokkal érintkeznek, a nemionos felületaktív anyagok hajlamosak viszkozus fázisok képzésére, ami gátolja azok továbbítását automata mosógépek elosztójából vagy továbbítóberendezéséből, valamint a mosólúgban csekély diszpergálódást és oldódást eredményez.

Ömlesztett állapotban nagy sűrűségű porokban ez a nehézség fokozódik, minthogy a porrétegben a kapillárisátmérő kisebb, mint ömlesztett állapotban kis sűrűségű porokban, és ezért a víz lassabban hatol be. A továbbítás terén fellépő nehézségek tovább fokozódnak olyan porok esetében, amelyek vízzoldhatatlan alkotókat, így alkálifém-alumino-szilikátokat tartalmaznak.

Felismertük, hogy etoxilezett, alkohol típusú nemionos felületaktív anyagokat tartalmazó, jó továbbítási és oldási jellemzőket mutató detergenspor előállítása terén fellépő nehézségek leküzdhetők, ha szigorúan ellenőrzött alkállánc-hosszúságú, rövid szénláncú, nemionos felületaktív anyagokat használunk, és bizonyos egyéb etoxilezett, nemionos felületaktív anyagokat, nevezetesen alacsony etoxilezési fokú, hosszú szénláncú anyagokat kizárunk. Meglepő módon ezt az előnyt a tisztítási alkalmasság csökkenése nélkül, sőt annak növelése mellett érjük el.

Rövid lánc-hosszúságú, nemionos felületaktív anyagokat tartalmazó szemcsés detergenskészítményeket ismertetnek GB 1460646, GB 1462133, GB 1462134, GB 1485316, GB 1566326, GB 1519433, FR 2303850A, EP 200953A és WO 9110718A. Ezekben a dokumentumokban azonban nincs feltárva rövid szénláncú, nemionos felületaktív anyagok használata ömlesztett állapotban, nagy sűrűségű szemcsés detergenskészítmények továbbítási tulajdonságainak javítására.

A találmány szemcsés detergenskészítmény, amelynek sűrűsége ömlesztett állapotban legalább 600 g/l, és amely 5–50 tömeg% felületaktív rendszert tartalmaz, amely etoxilezett, nemionos felületaktív anyagból, 5–80 tömeg% mennyiségben legalább egy detergensalkotóból és adott esetben 100 tömeg%-hoz szükséges mennyiségben más detergens-alkotórészekből áll. Az etoxilezett, nemionos felületaktív anyag etilén-oxidnak 12-nél kevesebb szénatomos átlagos alkállánc-hosszúságú alifás alkohollal alkotott, legfeljebb 8-as átlagos etoxilezési fokú kondenzációs termékét tartalmazza, és a felületaktív rendszer legalább 12 szénatomos átlagos lánc-hosszúságú alifás alkohol etilén-oxiddal alkotott, 7-nél kisebb etoxi-

lezési fokú, etoxilezett, nemionos felületaktív anyagoktól mentes.

A rövid láncú, nemionos felületaktív anyag

A találmány szerinti detergenskészítményre az jellemző, hogy olyan felületaktív rendszert tartalmaz, amelynek alapvető alkotórésze etilén-oxidnak 12-nél kevesebb szénatomos átlagos alkállánc-hosszúságú alifás alkohollal alkotott, legfeljebb 8-as átlagos etoxilezési fokú kondenzációs termékéből álló, nemionos felületaktív anyag. Ezt a komponenst a továbbiakban rövid alkálláncú, nemionos felületaktív anyagnak nevezzük.

A kereskedelmi forgalomban kapható nemionos felületaktív anyagok általában olyan elegyek, amelyek alkotóinak lánc-hosszúsága egy átlagérték körül szórást mutat. A találmány szerinti felületaktív rendszer mentes olyan nemionos felületaktív anyagoktól, amelyek legalább 12 szénatomos átlagos alkállánc-hosszúságú és 7-nél kisebb átlagos etoxilezési fokú szokásos anyagok.

Etoxilezett, nemionos felületaktív anyagok tekintetében a találmány oltalmi körén belül – a fentiekben meghatározott kizárt vegyületcsoporton kívül – további származékok lehetnek jelen. A találmány szerinti előnyös készítmények azonban – az etoxilezés fokától függetlenül – mentesek az összes olyan etoxilezett, nemionos felületaktív anyagtól (szokásos elegyekről), amelyekben legalább 12 szénatomos átlagos hosszúságú alkállánc van.

A rövid alkálláncú, nemionos felületaktív anyag előnyösen olyan alkoholból származik, amely legalább 25 tömeg%, előnyösebben legalább 50 tömeg%, legelőnyösebben legalább 75 tömeg% mennyiségben 12-nél kevesebb szénatomos alkálláncot tartalmaz. A felületaktív rendszer előnyösen mentes bármilyen legalább 12 szénatomos alkállánc-hosszúságú, nemionos felületaktív anyagtól.

Az olajos foltok tisztítása szempontjából hatásos hosszú alkálláncú (legalább 12 szénatomos) és csekély mértékben etoxilezett (<7EO) nemionos felületaktív anyagok hiánya ellenére a találmány szerinti készítmények számos szennyeződés esetén kitűnő tisztíthatást és jó diszperziós tulajdonságokat is mutatnak.

Az átlagos alkállánc-hosszúság tekintetében előnyösek a 9–11,5 szénatomos, még előnyösebbek a 9–11 és 10–11,5 szénatomos, nemionos felületaktív anyagok.

Primer vagy szekunder alkohol-etoxilátokat használunk, azonban általában előnyösek a primer alkohol-etoxilátok.

A nemionos kondenzációs termékben az 1 mol alkoholra jutó etilén-oxid-csoportok átlagos száma legfeljebb 8, előnyösen 2,5–8. Ez a szám még előnyösebben legfeljebb 6,5, legelőnyösebben 2,5–6,5.

Elágazó láncú vegyületeket is tartalmazó alkoholokból származó nemionos felületaktív anyagok bizonyos előnyökkel járhatnak mind a tisztítóhatás, mind pedig a javított portovábbítás és oldódás szempontjából.

A nemionos felületaktív anyagban előnyösen legfeljebb 5 tömeg%, még előnyösebben legfeljebb 1 tömeg% szabad alkohol lehet.

Az alábbiakban megadunk néhány, a találmány szempontjából alkalmas nemionos alkohol-etoxilát fe-

lületaktív anyagot (* kereskedelmi nevet jelöl). Közbülső fokú etoxilezés biztosítása céljából ezen anyagok elegyeit is használhatjuk.

Dobanol 91 típusú termékek (gyártó cég: Shell)*

Etoxilátok:	Dobanol 91-2,5	2,5	EO
	Dobanol 91-5	5	EO
	Dobanol 91-6	6	EO
	Dobanol 91 4-6	4-6	EO

Névleges ismertetés: 20-25%-os mértékben elágazó (1-4 szénatomos oldalláncú) 9-11 szénatomos alkohol. Átlagos lánc hossz: 10,14.

A lánc hossz eloszlása:

C ₈	egyenes láncú	0,7	0,7
C ₉	egyenes láncú	17,5	19,0
	C ₈ -2-metil	1,0	
	C ₇ -2-etil	0,3	
	C ₆ -2-propil	0,2	
C ₁₀	egyenes láncú	40,7	45,8
	C ₉ -2-metil	2,9	
	C ₈ -2-etil	1,0	
	egyéb elágazó láncú	1,2	
C ₁₁	egyenes láncú	25,5	33,3
	C ₁₀ -2-metil	2,4	
	C ₉ -2-etil	1,0	
	egyéb elágazó láncú	4,4	
C ₁₂	egyenes láncú	0	1,6
	elágazó láncú	1,6	

Lialet 111 típusú termékek (gyártó cég: Enichem)*

Etoxilátok:	Lialet 111-4	4	EO
	Lialet 111-5	5	EO
	Lialet 111-6	6	EO
	Lialet 111 4-6	4-6	EO
	Lialet 111 6,9	6,9	EO

Névleges ismertetés: 50-60%-os mértékben elágazó láncú (1-4 szénatomos oldalláncú) 11 szénatomos alkohol.

Átlagos lánc hossz: 11,0.

A lánc hossz eloszlása:

C ₁₁	egyenes láncú	49,2	96,10
	C ₁₀ -2-metil	17,3	
	C ₉ -2-etil	9,3	
	C ₈ -2-propil	9,7	
	C ₇ -2-butil és C ₆ -2-pentil	10,6	

Vista (Alfonic*) típusú termékek (gyártó cég: Vista Chemicals)*

Etoxilátok:	Vista 1012-62	6,25	EO
	Vista 1012-52	4,3	EO

Vista Novel II 1012-52 4,5 EO (szűk tartományban,

Névleges ismertetés: 10-12 szénatomos egyenes láncú alkohol.

Átlagos lánc hossz: 10,20.

A lánc hossz eloszlása:

C ₁₀	egyenes láncú	90,0
C ₁₂	egyenes láncú	10,0

Egyéb rövid láncú, nemionos felületaktív anyagok

A találmány megvalósításához a következő anyagok is alkalmasak:

Acropol* 91 4-6 (gyártó cég: Exxon):

9-11 szénatomos lánc hossz, 35%-os mértékben elágazó láncú (1-4 szénatomos oldallánc), 4-6 EO;

Donabol* 1 típusú termékek (gyártó cég: Shell):

98,5% 11 szénatomos alkotórész 10 és 12 szénatomos vegyületek nyomaival:

Synperonic* 91-4-6 (gyártó cég: ICI):

9-11 szénatomos lánc hossz, 60%-os mértékben elágazó láncú (1 szénatomos oldallánc), 4-6 EO;

Lialet* 91-4-6 (gyártó cég: Enichem):

9-11 szénatomos lánc hossz, 60%-os mértékben elágazó láncú (1-4 szénatomos oldallánc), 4-6 EO;

Inbentin* C₁₀E₄ (gyártó cég: Kolb):

10 szénatomos egyenes lánc, 4 EO.

A találmány szempontjából kizárt, nemionos felületaktív anyagok

7-nél kisebb átlagos etoxilezési fokú, hosszú alkil-láncú nemionos felületaktív anyagok a találmányból ki vannak zárva. Ezek a következő anyagokat foglalják magukban:

Kókuszdíó alapú anyagok, így a Lorodac* típusú termékek (gyártó cég: DAC Chemicals):

C₁₂-C₁₆, átlagos lánc hossz: 12,75

Alacsony etoxilezési fokú, Synperonic* típusú nemionos felületaktív anyagok (gyártó cég: ICI), így Synperonic A3 (3 EO):

C₁₃₋₁₅, átlagos lánc hossz: 13,65

25	C ₁₃	egyenes láncú	44,0	67,2
		C ₁₂ -2-metil	11,9	
		C ₁₁ -2-etil	3,8	
		C ₁₀ -2-propil	3,1	
		C ₉ -2-butil és C ₈ -2-pentil	4,4	
30	C ₁₅	egyenes láncú	20,9	35,1
		C ₁₄ -2-metil	2,4	
		C ₁₃ -2-etil	1,0	
		C ₁₂ -2-propil	0,8	
		C ₁₁ -2-butil, C ₁₀ -2-pentil és C ₉ -2-hexil	2,4	

Alacsony etoxilezési fokú, Dobanol* 23 típusú termékek (gyártó cég: Shell, C₁₂₋₁₃, 18,1%-os mértékben elágazó láncú):

C ₁₂	38,4
C ₁₃	58,9
C ₁₄	1,2

Alacsony etoxilezési fokú Dobanol* 25 típusú termékek (gyártó cég: Shell, C₁₂₋₁₅, 22,9%-os mértékben elágazó láncú):

45	C ₁₂	19,9
	C ₁₃	31,2
	C ₁₄	29,4
	C ₁₅	19,1

Alacsony etoxilezési fokú Dobanol* 45 típusú termékek (gyártó cég: Shell, C₁₄₋₁₅, 14,8%-os mértékben elágazó láncú):

C ₁₄	60,3
C ₁₅	37,5

Egyéb etoxilezett, nemionos felületaktív anyagok

A fentiek értelmében bármilyen egyéb jelenlévő, hosszabb alkil-láncú, etoxilezett, nemionos felületaktív anyag átlagos etoxilezési foka ne legyen kisebb, mint 7. Jelen lehetnek azonban legalább 12 szénatomos átlagos lánc hosszúságú és legalább 7-es átlagos etoxilezési fokú anyagok is.

A fentiek szerint a találmány szempontjából kizárt, így a kókuszdió alapú, Synperonic és Dobanol 23 kereskedelmi nevű alkohol-etoxilátoknak megfelelő, azonban nagyobb etoxilezési fokú anyagok jelen lehetnek a találmány szerinti készítményekben az alapvető fontosságú, rövid alkil-láncú, alacsony etoxilezési fokú nemionos felületaktív anyagok mellett. Ennek alapján rövid alkil-láncú anyagot használhatunk kókuszdió alapú alkohol 7-es etoxilezési fokú származékával együtt.

A legelőnyösebb kiviteli alakban azonban az etoxilezési fokra való tekintet nélkül nincsen olyan etoxilezett, nemionos felületaktív anyag jelen, amelynek átlagos alkil-lánc-hosszúsága legalább 12 szénatomos.

A találmány szerinti készítményekben jelenlévő valamennyi nemionos detergens aktivitású vegyület össz-mennyisége alkalmasan 2–50 tömeg%, előnyösen 5–30 tömeg%.

Egyéb detergens aktivitású vegyületek

Feltéve, hogy a fentiek szerint kizárt, nemionos felületaktív anyagok nincsenek jelen, a találmány szerinti készítményekben egyéb detergens aktivitású anyagok is jelen lehetnek.

A nemionos felületaktív anyagokon kívül jelenlévő detergens aktivitású anyag lehet anionos (szappan vagy nem szappan), kationos, belső só típusú, amfoter anyag vagy ezek bármilyen keveréke.

Anionos detergens aktivitású vegyületek 0–40 tömeg%, előnyösen 0–20 tömeg% mennyiségben lehetnek jelen. A nemionos felületaktív anyag anionos felületaktív anyaghoz viszonyított aránya előnyösen a (2:8)–(9:1) tartományban van.

Szintetikus anionos felületaktív anyagok a szakember számára ismertek. Ezek lehetnek alkil-benzolszulfonátok, különösen 8–15 szénatomos alkil-láncot tartalmazó, egyenes láncú alkil-benzolszulfonátok nátriumszármazékai, primer és szekunder alkil-szulfátok, különösen 12–15 szénatomos primer alkohol-szulfátok nátriumszármazékai, olefinszulfonátok, alkánszulfonátok, dialkil-szulfoszukcinátok és zsírsav-észterszulfonátok.

Kíváncos lehet egy vagy több zsírsavszappan bevitel is. Ezek előnyösen természetben előforduló zsírsavakból, így kókuszdióolaj, juhaggyú, napraforgó- vagy keményített repceolaj eredetű zsírsavak nátriumszappanjai.

A felületaktív rendszer mennyisége

A találmány szerinti készítményekben a detergens aktivitású anyag (felületaktív anyag) össz-mennyisége alkalmasan 5–50 tömeg%. Különös jelentőségük a nagyfokú alkalmasságot mutató készítmények, amelyek viszonylag nagy mennyiségű, előnyösen 15–50 tömeg% felületaktív anyagot tartalmaznak.

A felületaktív rendszer mennyisége a készítményekben előnyösen legalább 20 tömeg%, még előnyösebben legalább 25 tömeg%.

Előnyös felületaktív rendszerek

A találmány szerinti, különösen előnyös készítmények olyan felületaktív rendszereket tartalmaznak, amelyek lényegében egyedül rövid alkil-láncú alifás alkoholból származó, etoxilezett, nemionos felületaktív anyagból állnak, vagy amellettt primer alkohol-szulfátot (PAS) tartalmaznak.

Az adott esetben jelenlévő primer alkohol-szulfát, amely a felületaktív rendszernek előnyösen legfeljebb 40 tömeg%-át teszi ki, 8–18 szénatomos, előnyösen 12–16 szénatomos lánc-hosszúságú, ahol az átlagos lánc-hossz előnyösen 12–15 szénatomos. PAS különösen előnyösen – teljes mértékben vagy főleg – 12–14 szénatomos vegyületeket tartalmaz.

Kívánt esetben használhatjuk az EP 342 917A dokumentumban ismertetett, különböző lánc-hosszúságú vegyületek elegyeit.

Általában előnyös főleg vagy teljes mértékben egyenes láncú PAS alkalmazása; különösen előnyös növényi eredetű PAS, még előnyösebben pedig kókuszdióolajból származó PAS (cocoPAS). A találmány oltalmi körébe tartozik azonban elágazó láncú PAS – így az EP 439 316A dokumentumban ismertetett PAS – alkalmazása is.

A PAS nátrium- vagy káliumsó alakjában van jelen, közülük általában előnyösebb a nátriumsó.

Különösen fontosak azok a felületaktív rendszerek, amelyek

- i) 60–100 tömeg%, előnyösen 65–100 tömeg% etoxilezett, nemionos felületaktív anyagot, és
- ii) 0–40 tömeg%, előnyösen 0–35 tömeg% primer 8–18 szénatomos alkohol-szulfátot

tartalmaznak.

Ilyen felületaktív rendszereket tartalmazó szemcsés, ömlesztett állapotban nagy sűrűségű detergenskészítményeket ismertet az EP 544 492A.

A találmány egyik előnyös változata szerint a felületaktív rendszer

- i) 65–80 tömeg%, előnyösen 65–75 tömeg% etoxilezett, nemionos felületaktív anyagot és
- ii) 20–35 tömeg%, előnyösen 25–35 tömeg% primer alkohol-szulfátot

tartalmaz.

E rendszerben különösen jó tisztítóhatásának bizonyultak

- a) 9–11 szénatomos átlagos alkil-lánc-hosszúságú és 2,5–4 átlagos etoxilezési fokú vagy
- b) 10–11,5 szénatomos átlagos alkil-lánc-hosszúságú és 4–5 átlagos etoxilezési fokú etoxilezett, nemionos felületaktív anyagok.

A találmány egy másik előnyös változata szerint a felületaktív rendszer

- i) 80–95 tömeg%, előnyösen 85–95 tömeg% etoxilezett, nemionos felületaktív anyagot és
- ii) 5–20 tömeg%, előnyösen 5–15 tömeg% primer alkohol-szulfátot

tartalmaz.

E rendszerben különösen jó tisztítóhatásának bizonyultak

- a) 9–11 szénatomos átlagos alkil-lánc-hosszúságú és 3,5–4,5 átlagos etoxilezési fokú vagy
- b) 10–11,5 szénatomos átlagos alkil-lánc-hosszúságú és 4–6,5 átlagos etoxilezési fokú etoxilezett, nemionos felületaktív anyagok.

A találmány egy harmadik előnyös változata szerint a felületaktív rendszer egyedül etoxilezett, nemionos felületaktív anyagból (i) áll.

E rendszerben különösen jó tisztítóhatásának bizonyultak

a) 9–11 szénatomos átlagos alkilánc-hosszúságú és 4,5–5,5 átlagos etoxilezési fokú vagy

b) 10–11,5 szénatomos átlagos alkilánc-hosszúságú és 4–6,5 átlagos etoxilezési fokú

etoxilezett, nemionos felületaktív anyagok.

A találmány mindhárom változatában kedvező hatású bármilyen rövid láncú, 9–11,5 átlagos alkilánc-hosszúságú és 2,5–6,5 átlagos etoxilezési fokú nemionos felületaktív anyag használata.

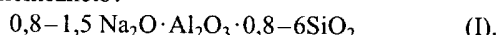
Detergensalkotók

A találmány szerinti szemcsés detergenskészítmények egy vagy több detergensalkotót tartalmaznak alkalmasan 5–80 tömeg%, előnyösen 20–60 tömeg% mennyiségben.

A találmány különösen olyan készítményekre alkalmazható, amelyek alkotóként alkálifém-aluminoszilikátokat tartalmaznak.

A készítmény (vízmentes anyagként számított) tömegére vonatkoztatva általában 5–60 tömeg%, előnyösen 25–55 tömeg% és nagy igénybevételre tervezett detergenskészítmény esetén 25–48 tömeg% mennyiségű alkálifém-aluminoszilikátot (előnyösen nátrium-aluminoszilikátot) használunk.

Az alkálifém-aluminoszilikát lehet kristályos vagy amorf vagy azok elegye, összetétele az I általános képlettel jellemezhető:



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

Alkalmas kristályos nátrium-aluminoszilikát ioncserélő tulajdonságú detergensalkotókat ismertet többek között a GB 1 429 143. Az ilyen típusú előnyös nátrium-aluminoszilikátok a kereskedelmi forgalomban A és X zeolitként és azok elegyeiként kaphatók.

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

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

A találmány szerinti készítményekben a MAP típusú zeolit használatának két sajátos előnye van: egyrészt hatásosabb detergensalkotó, mint a 4A típusú zeolit,

másrészt pedig – ettől teljesen függetlenül – nagyobb összmenyiségű felületaktív anyag és nemionos felületaktív anyagban dúsabb felületaktív rendszer bevitelét teszi lehetővé anélkül, hogy a por folyási tulajdonságai romlanának.

A MAP típusú zeolit folyékony detergensalkotók hordozójaként történő használatát EP 521 635A ismerteti.

A találmány szempontjából előnyös, MAP típusú zeolit különösen finom eloszlású és (a továbbiakban meghatározott) d₅₀-értéke a 0,1–5,0 µm, előnyösebben a 0,4 és 2,0 µm, legelőnyösebben a 0,4 és 1,0 µm közötti tartományban van. A „d₅₀” mennyiség azt jelöli, hogy a szemcsék 50 tömeg%-ának átmérője kisebb, mint a megadott szám, és léteznek a megfelelő „d₈₀”, „d₉₀” és hasonló mennyiségek is. A különösen előnyös anyagok d₉₀-értéke 3 µm-nél kisebb, valamint d₅₀-értéke kisebb, mint 1 µm.

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

Szükséges vagy kívánt esetben a találmány szerinti detergenskészítmények egyéb alkotókat is tartalmazhatnak.

Különösen előnyös kiegészítő alkotók polikarboxilát, polimerek, még előnyösebben poliakrilátok és akril/malein-kopolimerek, alkalmasan 0,5–15 tömeg%, különösen 1–10 tömeg% mennyiségben, valamint többértékű monomer karbonsavak, különösen citromsav és sói, amelyeket alkalmasan 3–35 tömeg%, előnyösebben 5–30 tömeg% mennyiségben használunk.

A találmány szerinti előnyös készítmények szerves foszfátalkotókat előnyösen legfeljebb 5 tömeg% mennyiségben tartalmaznak, kívánatosan azonban foszfátalkotóktól mentesek.

Egyéb alkotórészek

A találmány szerinti teljes formulálású mosodai detergenskészítmények tartalmazhatnak továbbá bármilyen szokásos alkalmas alkotórészt. Ezek többek között lehetnek szerves sók, így nátrium-szilikát vagy nátrium-szulfát; szerves sók, így nátrium-citrát; újrakerakódást meggátló anyagok, így cellulózszármazékok és akrilát- vagy akrilát/maleát-polimerek; fluoreszkáló anyagok, fehérítőszer, fehérítőszer-prekursorok és fehérítőszer-stabilizátorok; fehérjebontó és zsírbontó enzimek; színezékek; színezett foltokat előidéző anyagok; illatosítóanyagok; habzást szabályzó anyagok; valamint textíliákat lágyító vegyületek.

A készítmények előállítása és a por tulajdonságai

A találmány szerinti szemcsés detergenskészítmények előállíthatók elvileg bármilyen (porlasztásos szárítást lefolytató) torony, tornyot nem alkalmazó (granulálási) eljárás vagy ezen eljárások kombinálása útján.

Különösen fontosak ömlesztett állapotban nagy – legalább 600 g/l, előnyösen legalább 700 g/l, legelő-

nyösebben legalább 800 g/l – sűrűségű készítmények, amelyek granulálás és/vagy nagy sebességű keverő/granuláló berendezésben végzett tömörítés útján állíthatók elő.

A nagy sebességű keverő/tömörítő berendezésként is ismert, nagy sebességű keverő/granuláló berendezés lehet szakaszosan működő berendezés, mint az FS típusú berendezés (gyártó cég: Fukae) vagy folyamatos üzemben működő berendezés, így a Recycler CB30 típusú berendezés (gyártó cég: Lödige). Alkalmas eljárásokat ismertet többek között EP 340 013A, EP 367 339A, EP 390 251A, EP 420 417A és EP 506 184A.

Az egyik alkalmas eljárás szerint egymással összeférhető, hőre érzéketlen alkotórészek, közöttük a zeolit és bármilyen egyéb alkotó és a detergensaktivitását megőrző legalább egy részének zagyát porlasztással szárítjuk, a kapott alapport szakaszos vagy folyamatos működésű, nagy sebességű keverő/granuláló berendezésben tömörítjük, majd a zaggal végzett eljárásra alkalmas alkotórészeket, így többek között fehérítőszert, enzimeket porlasztással hordjuk fel vagy utólagosan adagoljuk.

Egy másik eljárásban a porlasztásos szárítás lépését teljesen elhagyhatjuk, az alkotók nyersanyagaiból közvetlenül ömlesztett állapotban nagy sűrűségű alapport állítunk elő keverés és nagy sebességű keverő/granuláló berendezésben lefolytatott granulálás útján, majd a fehérítőszert és egyéb alkotórészeket utólagosan adagoljuk a porlasztásos szárítás/utólagosan toronyban végzett tömörítési eljáráshoz hasonló módon.

A szervesetlen alkotókat és egyéb szerves anyagokat (így a zeolitot, nátrium-karbonátot) általában a felületaktív anyagokkal együtt granuláljuk, amelyek kötőanyagként és granuláló- vagy agglomerálószerként hatnak. Amikor anionos felületaktív anyag PAS alakjában van jelen, alkalmasan használhatunk folyékony felületaktív elegyeket, mint amelyeket EP 265 203A vagy EP 507 402A ismertet. Az előzőekben említett, bármilyen, adott esetben használandó alkotórészt bevezethetjük az eljárás bármelyik alkalmas szakaszában. Hagyományos mosóporok gyártási gyakorlatának megfelelően fehérítő alkotórészek (fehérítőszer, fehérítőszer-prekurzorok, fehérítőszer-stabilizátorok), fehérje- és zsírbontó enzimek, színezett alkotórészek, illatosítóanyagok és habzást szabályzó granulátumok legalkalmasabban a tömörített granulált termékhez keverhetők (utánadagolhatók), miután a termék elhagyta a nagy sebességű keverő/granuláló berendezést.

A találmány értelmében alkalmazott alacsony etoxilezési fokú, rövid alkállancú, nemionos felületaktív anyagokat általában nem az alappor tartalmazza, hanem többek között az elkészített alapporra porlasztjuk rá. Magasabb etoxilezési fokú, nemionos felületaktív anyagokat tartalmazhatja az alappor, bár ezeket is bevezethetjük utánadagolás során. Előnyös, ha a jelenlévő magasabb etoxilezési fokú, nemionos felületaktív anyag legalább egy része az alapporban van, míg vagy egyedül az alacsony etoxilezési fokú felületaktív anyagot vagy a magasabb és alacsony etoxilezési fokú, nemionos felületaktív anyagok elegyét utánadagoljuk.

A következőkben a találmányt példákkal szemléltetjük. A számokkal jelölt példák a találmány szerinti példák, míg a betűkkel jelölt példák összehasonlításhoz szolgálnak. Egyéb utalás hiányában a részekként vagy

- 5 %-ban megadott adatok tömegre vonatkoznak.
- A példákban használt rövidítések a következő anyagokat jelölik.
- CocoPAS kókuszdióolajból származó 12–14 szénatomos, egyenes láncú primer alkohol-szulfát (nátriumsó, gyártó cég: Philippine Refining Co.)
- 10 4A típusú zeolit Wessalith P kereskedelmi nevű por (gyártó cég: Degussa)
- MAP típusú zeolit az EP 384 070A dokumentum 1–3. példáiban ismertetett eljárással előállított MAP típusú zeolit, Si:Al atomarány 1,0–1,07
- 15 Karbonát nátrium-karbonát
- Szilikát nátriumtartalmú lúgos szilikát
- Metaborát nátrium-metaborát
- Polimer Sokalan CP5 kereskedelmi nevű akril/malein-kopolimer (gyártó cég: BASF)
- 20 Perborát mono nátrium-perborát-monohidrát
- TAED tetraacetil-etilén-diamin 83 tömeg%-os granulátum alakjában
- EDTMP Dequest 2041 vagy 2047 kereskedelmi nevű etilén-diamin-tetrametilén-foszfonsav kalciumsója (gyártó cég: Monsanto; aktívanyag-tartalom: 34 tömeg%)
- 25 Habzásgátló EP 266 836B szerinti habzásgátló granulátum

30

1–6. példák, A összehasonlító példa

30 rész cocoPAS és 70 rész nemionos felületaktív anyagalkotókból álló felületaktív rendszert tartalmazó detergenskészítményt állítunk elő a következő általános formulálásnak megfelelően:

35

Alkotórész	Rész	Tömeg%
CocoPAS	5,10	6,71
Nemionos felületaktív anyag (lásd alább)	11,90	15,66
40 4A típusú zeolit	32,0	42,11
Karbonát	10,0	13,16
Szilikát	0,5	0,66
Metaborát	16,5	21,70
	76,0	100,00

45

A tisztítóhatást (radioaktív izotópokkal jelzett trioleinfolt poliszterből történő eltávolítását) Tergotometer típusú berendezésben hasonlítottuk össze, ennek során 5 g/l termékkoncentrációt, 24 francia keménységi fokú (°f) kemény vizet és 20 °C mosási hőmérsékletet használtunk.

50

Az I. táblázatban bemutatott eredményekből kitűnik, hogy a kókuszdióból származó 7EO/3EO jellemzőjű termékek tisztítóhatása rövidebb alkállancú anyagokkal elérhető vagy meghaladható, feltéve, hogy az etoxilezési fokot alkalmasan választjuk meg. Ebben a PAS/nemionos felületaktív anyag alkotta rendszerben kitűnő eredményeket adtak a következő kereskedelmi nevű termékek: Dobanol 91–2,5, Dobanol 91–3,75, Lialet 111–4 és Lialet 111–5.

60

I. táblázat

Példa száma	Nemionos felületaktív anyag	Átlagos lánc hossz	EO	Tisztítóhatás
1.	Dobanol 91–2,5	10,14	2,5	30,0
2.	Dobanol 91–2,5 (35 rész) Dobanol 91–5 (35 rész)	10,14	3,75	29,4
3.	Dobanol 91–5	10,14	5,0	12,4
4.	Lialet 111–4	11,0	4,0	27,1
5.	Lialet 111–5	11,0	5,0	27,1
6.	Lialet 111–6	11,0	6,0	9,5
A	Coco 7EO (30 rész) Coco 3EO (40 rész)	12,75	4,5–5	23,3

7–12. példák, B összehasonlító példa

Az 1–6. példák és az A összehasonlító példa szerinti eljárást ismételtük meg azzal az eltéréssel, hogy a felületaktív rendszer 10 rész CocoPAS és 90 rész etoxilezett, nemionos felületaktív alkotót tartalmazott. Az eredményeket a II. táblázatban mutatjuk be.

Ebben a PAS/nemionos felületaktív anyag alkotta rendszerben a legjobb nemionos felületaktív anyagok voltak: Dobanol 91–3,75, Lialet 111–4 és Lialet 111–5. Dobanol 91–5 és Lialet 111–6 is elfogadható eredményeket adtak.

Alkotórész	Rész	Tömeg%
CocoPAS	1,70	2,24
Nemionos felületaktív anyag (lásd alább)	15,30	20,13
4A típusú zeolit	32,0	42,11
Karbonát	10,0	13,16
Szilikát	0,5	0,66
Metaborát	16,5	21,70
	<u>76,0</u>	<u>100,00</u>

II. táblázat

Példa száma	Nemionos felületaktív anyag	Átlagos alkil-lánc hossz	EO	Tisztítóhatás
7.	Dobanol 91–2,5	10,14	2,5	11,0
8.	Dobanol 91–2,5 (45 rész) Dobanol 91–5 (45 rész)	10,14	3,75	42,0
9.	Dobanol 91–5	10,14	5,0	33,5
10.	Lialet 111–4	11,0	4,0	41,7
11.	Lialet 111–5	11,0	5,0	37,8
12.	Lialet 111–6	11,0	6,0	34,2
B	Coco 7EO (40 rész) Coco 3EO (50 rész)	12,75	4,5–5	36,1

13–18. példák, C összehasonlító példa

Az 1–6. példák és az A összehasonlító példa szerinti eljárást ismételtük meg azzal az eltéréssel, hogy egyedüli felületaktív anyagként etoxilezett, nemionos felületaktív anyagot tartalmazó készítményeket

használtunk. Az eredményeket a III. táblázat foglalja össze.

A csak nemionos felületaktív anyagot tartalmazó rendszerben legalkalmasabbnak bizonyultak a Dobanol 91–5 és a három Lialet 111 kereskedelmi nevű termék.

III. táblázat

Példa száma	Nemionos felületaktív anyag	Átlagos alkil-lánc hossz	EO	Tisztítóhatás
13.	Dobanol 91–2,5	10,14	2,5	1,5
14.	Dobanol 91–2,5 (50 rész) Dobanol 91–5 (50 rész)	10,14	3,75	18,5
15.	Dobanol 91–5	10,14	5,0	53,3
16.	Lialet 111–4	11,0	4,0	51,4
17.	Lialet 111–5	11,0	5,0	49,9

III. táblázat (folytatás)

Példa száma	Nemionos felületaktív anyag	Átlagos alkil-lánchossz	EO	Tisztítóhatás
18.	Lialet 111-6	11,0	6,0	50,8
C	Coco 7EO (50 rész) Coco 3EO (50 rész)	12,75	4,5-5	47,6

19. példa, D összehasonlító példa

A korábbi példákban alkalmazott eljárást ismételtük meg 30 rész cocoPAS és 70 rész etoxilezett, nemionos felületaktív anyag alkotókból álló felületaktív rendszert tartalmazó készítményekkel, amelynek során a IV. táblázatban bemutatott módon (különböző átlagos etoxilezési fok elérésére) coco 7EO és Dobanol 91-2,5 arányát változtattuk.

IV. táblázat

EO-átlagérték	Tisztítóhatás	
	19 Dobanol 91-2,5/coco 7EO	D Coco 3EO/coco 7EO
2,5	31,0	–
2,99	–	28,5
3,37	30,4	–
3,96	–	27,3
4,25	25,0	–
4,70	–	23,3
5,12	19,2	–
5,17	–	21,0
5,90	–	15,7
6,00	12,2	–
6,87	9,2	–
6,88	–	9,9

Ezek az eredmények azt mutatják, hogy ebben a PAS/nemionos felületaktív anyag alkotta rendszerben hogyan használható Dobanol 91-2,5 coco 3EO helyettesítésére.

20. példa, E összehasonlító példa

A 19. példában és a D összehasonlító példában alkalmazott eljárást ismételtük meg 10 rész cocoPAS és 90 rész etoxilezett, nemionos felületaktív anyagalkotókból álló felületaktív rendszert tartalmazó készítményekkel, amelynek során az V. táblázatban bemutatott módon coco 7EO és Dobanol 91-2,5 arányát változtattuk.

V. táblázat

EO-átlagérték	Tisztítóhatás	
	20 Dobanol 91-2,5/coco 7EO	E coco 3EO/coco 7EO
2,5	9,6	–
2,99	–	37,2

10

EO-átlagérték	Tisztítóhatás	
	20 Dobanol 91-2,5/coco 7EO	E coco 3EO/coco 7EO
3,37	36,6	–
4,25	40,5	–
4,70	–	36,1
5,12	38,2	–
5,17	–	35,3
6,87	26,4	–
6,88	–	22,6

15

20

Ezek az eredmények azt mutatják, hogy ebben a PAS/nemionos felületaktív anyag alkotta rendszerben hogyan használható Dobanol 91-2,5 coco 3EO helyettesítésére.

25

21. és 22. példa, F és G összehasonlító példák

Ezek a példák azt mutatják be, hogyan javítja a találmány szerinti rövid alkil-lánccú nemionos felületaktív anyagok alkalmazása a szemcsés detergenskészítmény oldódását a mosólúgban.

30

Ömlesztett állapotban 800 g/l sűrűségű detergens-alapanyagot állítottunk elő a következő általános formulálás szerint:

35

Alkotórész	Rész	Tömeg%
Zeolit	51,2	31,8
Nátrium-citrát	5,3	8,5
Víz	9,2	14,8
Nemionos felületaktív anyag	15,8	25,5
	62,1	100,00

40

A porokat porlasztásos szárítással állítottuk elő, ennek során a zagy valamennyi alkotórészt tartalmazta a nemionos felületaktív anyag kivételével, amely ezt követően kevertünk a porhoz, majd 10 percen át 70 °C hőmérsékleten fluidizációs keverést használtunk, majd a porokat tároltuk. A használt nemionos felületaktív anyagok a következők voltak:

50

Példa száma	Nemionos felületaktív anyag	Átlagos alkil-lánchossz	EO
F	Synperonic A7 (ICI)	13,65	7,0
G	Coco 6,5 EO (Kolb)	12,75	6,5
21.	Dobanol 91-6 (Shell)	10,14	6,0
22.	Vista 1012-62 (Vista)	10,2	6,25

55

A porok oldását W756 típusú, előöltöltős automata mosógépben (gyártó cég: Miele) tanulmányoztuk. 15 g

60

port helyeztünk a gazdaságos mosási programra beállított mosógép dobjába, amelyet hideg vízzel (10,5 l lágyított vízzel 11 °C hőmérsékleten) használtunk textíliatöltet nélkül.

Az oldódott por mennyiségét szabványosított vezetőképességi mérést használva számítottuk ki. Ennek során adott időpontban mértük a mosólóg vezetőképességét, amelyet ugyanolyan tömegű, teljesen feloldódott, azonos formulálású port tartalmazó mosólóg vezetőképességével hasonlítottunk össze. Az eredmények a VI. táblázatban vannak feltüntetve.

VI. táblázat

Példa	A feloldott por mennyisége (%)			
	0,5	1,0	2,0	3,0
	perc oldódási idő alatt			
F	53,8	79,2	91,7	94,9
G	42,5	74,4	91,7	96,7
21.	59,9	82,9	94,6	97,3
22.	59,1	83,9	94,9	97,8

23–25. példák és H összehasonlító példa

Hasonló kísérletet folytattunk le teljes formulálású detergensporokkal, amelyekben az alapporok hasonlóak voltak a 21. és 22. példában, valamint az F és G összehasonlító példában használtakhoz. Az alapporokat összekevertük az egyéb alkotórészekkel, ennek során a következő formulálásnak megfelelő, ömlesztett állapotban 800 g/l sűrűségű porokat kaptuk:

Alkotórész	Tömeg%
Zeolit	31,8
Nátrium-citrát	5,3
Víz	9,2
Felületaktív anyag	15,8
	62,1
Karbonát	9,7
Perborát mono	15,0
TAED	7,8
EDTMP	0,4
Habzágátoló granulátum	2,5
Szilikát	2,5
	100,0

A használt felületaktív anyagok a következők voltak.

Példa száma	Nemionos felületaktív anyag	Átlagos alkálláncssz	EO
H	Synperonic A7 (ICI)	13,65	7,0
23.	Dobanol 91–4 (Shell)	10,14	4,0
24.	Dobanol 91–4 (Shell) (70 rész), cocoPAS (30 rész)	10,14	4,0
25.	Lialet 111–4	11,0	4,0

Az oldódást a 21. és 22. példában, valamint az F és G összehasonlító példában használt eljárással határo-

tuk meg azzal az eltéréssel, hogy a porminta tömege 25 g volt. Az eredményeket a VII. táblázatban foglaljuk össze.

VII. táblázat

Példa	A feloldott por mennyisége (%)			
	0,5	1,0	2,0	3,0
	perc oldási idő alatt			
H	33,5	61,2	88,1	96,3
23.	43,4	73,4	94,3	98,0
24.	38,0	65,5	93,6	98,6
25.	41,6	69,8	92,5	97,1

26. példa és J összehasonlító példa

Ez a példa rövid alkálláncú, nemionos felületaktív anyag előnyét szemlélteti előtöltős automata mosógép adagolóberendezéséből a por továbbításának javítása tekintetében.

Ömlesztett állapotban nagy (800 g/l) sűrűségű szemcsés detergenskészítményeket állítottunk elő a 23–25. példákban használt általános formulások szerint. A következő felületaktív anyagokat használtuk:

Példa száma	Nemionos felületaktív anyag	Átlagos alkálláncssz	EO
J	Synperonic A7	13,65	7,0
26.	Dobanol 91–6	10,14	6,0

Az adagolóberendezésben lévő maradványok meghatározására a 21. és 22. példában ismertetetthez hasonló eljárást folytattunk le ugyanazon mosógéppel és programmal, azzal az eltéréssel, hogy a porminta tömege 25 g volt. A vizsgálat során úgy jártunk el, hogy a mosási program 8 percének eltelte után – amikor a mosási ciklus vízbetáplálási szakasza befejeződött – a mosógépet megállítottuk, az adagoló rekeszéből eltávolítottuk a por maradványait, majd megszáritottuk és közvetlenül meghatároztuk a tömegét.

Ezt az eljárást mindegyik por esetén háromszor megismételtük. Az adagolóban visszamaradó maradvány átlagértékét a por eredeti tömegének %-ában számítottuk ki. Az eredményeket a VIII. táblázat foglalja össze.

VIII. táblázat

Példa	Átlagos maradvány (tömeg%)
J	13,6
26.	2,8

27. példa, K összehasonlító példa

Ez a példa – három különböző vizsgálati módszer alkalmazásával – rövid alkálláncú, nemionos felületaktív anyag előnyét szemlélteti a por oldhatóságának javítása és a mosott termékeken lerakódott szemcsés maradványok csökkentése szempontjából.

A vizsgált porok általános formulálását az alábbiakban ismertetjük. Az alapport mindegyik esetben nagy sebességű keverő/granuláló berendezésben *in situ* semlegesítés közben lefolytatott granulálással állítottuk elő EP 420 417A és EP 506 184A által ismertetett módon, majd a granulátumhoz hozzákevertük a további alkotórészeket. Ömlesztett állapotban a kikészített porok sűrűsége a 800–900 g/l tartományban volt. A finom (180 µm-nél kisebb) szemcsék mennyisége mindegyik por esetén kevesebb volt, mint 5 tömeg%.

Alkotórész	Tömeg%
CocoPAS	5,81
Nemionos felületaktív anyag	13,16
Szappan	2,04
MAP típusú zeolit	36,03
Karbonát	0,96
SCMC	0,89
Víz	4,98
	63,88
Szilikát	2,90
Perkarbonát	20,50
Mn-katalizátor	2,40
TAED	4,75
EDTMP	0,37
Enzimgranulátum	1,75
Habzásgátló granulátum	3,00
Illatosító anyag	0,45
	100,00

A következő nemionos felületaktív anyagokat használtuk.

Példa száma	Nemionos felületaktív anyag	Átlagos alkállánchossz	EO
K	Coco 7EO (44 rész)	12,75	7
	Coco 3EO (56 rész)	12,75	3
27.	Vista 1012–62	10,2	6,25

i) Oldhatósági vizsgálat

Mindegyik pormintát 20 °C hőmérsékletű vízben diszpergáltuk és 2 percen át kevertük. Ezt követően a mosólúgot 100 µm szitanyílású huzalszítán szűrtük, majd a szítán fennmaradó szilárd maradványokat 24 órán át 100 °C hőmérsékleten szárítottuk, ezután tömegmérés következett. A kapott eredményeket az alábbiakban ismertetjük.

Példa	Maradvány (a minta tömeg%-ában)
K	3,4
27.	3,2

ii) „Sztatokosaras” vizsgálat

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

Ehhez a vizsgálatához 600 µm pórusméretű, rozsdamentes acélhálóból készített, 4 cm átmérőjű és 7 cm magas hengeres tartályt használtunk, amelynek felső nyílása teflondugóval, alsó nyílása pedig az előzőekben

ismertetett hálóval volt lezárva. A felső nyílást lezáró dugóba 30 cm hosszúságú fémpálcát csatlakoztattunk, amely fogantyúként működött. Ezt a fogantyút nyitott tartályban lévő, 1 l térfogatú, 20 °C hőmérsékletű víz fölött elhelyezett keverőkarhoz rögzítettük. Ezen keverőberendezés segítségével a 45°-os dőlésszögben elhelyezett hengeres tartályt 2 s időtartam alatt 10 cm sugárú körben forgattuk, ezután 2 s nyugalmi periódus következett, mielőtt a következő forgás/nyugalmi periódusciklust elindítottuk.

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

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

Példa	Maradvány (a minta tömeg%-ában)
K	51,6
27.	26,6

Mint ahogy e vizsgálat közben a por hengeres tartályba van zárva, hangsúlyozandó, hogy a maradványra vonatkozó értékek sokkal nagyobbak, mint valóságos körülmények között, ahol az alkalmazott továbbítóberendezés nyitott. Ez a vizsgálat mindenesetre fontos támpontot ad különböző formulálások nedvesedési és továbbítási viselkedésében lévő különbségek észlelése és a lehető legkedvezőtlenebb viszonyok között érvényesülő ilyen tulajdonságok ellenőrzése szempontjából.

iii) Fekete „párnahuzat”-vizsgálat

Ehhez a vizsgálatához Siwamat Plus 3700 kereskedelmi nevű, elöltöltős automata mosógépet (gyártó cég: Siemens) használtunk az alábbiakban ismertetett eljárás szerint.

100 g mennyiségű port helyeztünk olyan rugalmas továbbítóberendezésbe, amelyet kereskedelmi forgalomban kapható, ömlesztett állapotban nagy sűrűségű porokkal, így a Lever Persil kereskedelmi nevű porokkal együtt szállítanak az Egyesült Királyságba. A rugalmas műanyagból készített, gömb alakú tartály átmérője 4 cm, és felül 3 cm átmérőjű nyílással van ellátva.

A továbbítóberendezést fekete gyapotból készült, 30×60 cm méretű párnahuzatban helyeztük el, ügyelve arra, hogy a nyílás felfelé mutasson, majd a párnahuzatot húzózárral bezártuk. A (felfelé mutató helyzetben lévő) továbbítóberendezést tartalmazó párnahuzatot a mosógép dobjában lévő 3,5 kg száraz gyapot mosási töltet tetejére helyeztük.

A mosógépet nagy terhelésű ciklusban működtettük 60 °C mosási hőmérsékleten, ehhez 20 °C hőmérséklet-

ten betáplált 15 °f keménységű vizet használtunk. A mosási ciklus végén a párnahuzatot eltávolítottuk, felnyitottuk és kifordítottuk, majd a belső felületén lévő pormaradványok mennyiségét vizuálisan határoztuk meg 1-től 3-ig terjedő skála használatával. (A 3. fokozat a por mintegy 75 tömeg%-át kitevő maradványnak felel meg, míg az 1. fokozat esetén nincs maradvány.) Az egyes párnahuzatokat 5 megfigyelő személy értékelte ki és sorolta be a megfelelő fokozatokhoz. Mindegyik típusú porral 10 párhuzamos mosási vizsgálatot végeztünk, és a 10 eredményt átlagoltuk.

A vizsgálati eredmények az alábbiak voltak.

K példa: 1,0,

27. példa: 0,3.

28. példa, L összehasonlító példa

Ebben a példában különböző, nemionos felületaktív anyagokat tartalmazó, ömlesztett állapotban nagy sűrűségű alapporok diszpergálhatóságát hasonlítottuk össze egy olyan vizsgálatban, amely a por nedvesedése esetén képződő, gél alakú felületaktív anyag észlelését szolgálja.

A 27. példában ismertetett, nagy sebességű granulációs eljárással előállított porok formulálását (tömeg%-ban) az alábbi adatok jellemzik, ömlesztett állapotban a por sűrűsége meghaladta a 800 g/l értéket.

Alkotórész	L példa	28. példa
CocoPAS	9,5	9,5
Nemionos felületaktív anyag:		
Lorodac 7	21,5	–
Dobanol 91–6T	–	22,7
Szappan	3,3	–
MAP típusú zeolit (vízmentes)	55,2	57,2
SCMC	1,5	1,2
Fluoreszkáló anyag	–	0,4
Víz	9,0	9,0
	100,00	100,00

Ezekben a porokban a következő nemionos felületaktív anyagokat használtuk.

Példa száma	Nemionos felületaktív anyag	Átlagos alkállánc-hossz	EO
L	Lorodac 7	12,75	7
28.	Dobanol 91–6T	10,14	6

A diszpergálási vizsgálatot a következő módon folytattuk le. 0,3 g tömegű pormintát egy kis kanálban helyeztünk el, és a kanalat 1 percen át 10 °C hőmérsékletű vízben vízszintes helyzetben tartva megnedvesítettük. Ekkor a kanalat eltávolítottuk a vízből, és a fölösleges vizet leöntöttük. A nedves port tartalmazó kanalat ezután vízszintes helyzetben 10 °C hőmérsékletű vizet tartalmazó, 500 ml térfogatú főzőpohárban helyeztük el, és (25 mm nagyságú örvényt okozó mágneses) keverővel aktiváltuk. Az idő függvényében meghatároztuk a (zeolit diszpergálását jelző) zavarosságot.

A 90%-os mértékű diszpergáláshoz tartozó idők a következők voltak.

L példa: 6,25 min,

29. példa: 1,33 min.

29. példa, M összehasonlító példa

A 28. példában és az L összehasonlító példában leírt eljárást ismételtük meg szintén az előző példák szerinti, nagy sebességű granulálás útján előállított, ömlesztett állapotban 800 g/l értéket meghaladó sűrűségű, két további alapporral. A formulálások a következő (tömegrészben adott) adatokkal jellemezhetők.

Alkotórész	M példa	29. példa
CocoPAS	6,51	6,51
Nemionos felületaktív anyag:		
Lorodac 7	6,48	–
Lorodac 3	8,19	–
Lialet 111–7	–	6,48
Lialet 111–3	–	8,19
Szappan	2,26	2,26
MAP típusú zeolit (vízmentes)	41,74	41,74
Karbonát	1,11	1,11
SCMC	1,02	1,02

A nemionos felületaktív anyagok a következők voltak.

Példa száma	Felületaktív anyag	Átlagos alkállánc-hossz	EO
25	Lorodac 7	12,75 (kókuszdió)	7
	Lorodac 3	12,75 (kókuszdió)	3
30	Lialet 111–7	11,0	7
	Lialet 111–3	11,0	3

A 90%-os diszpergáláshoz tartozó időtartamok értéke a következő volt.

M összehasonlító példa: 4,50 min,

29. példa: 1,66 min.

30. és 31. példák, N összehasonlító példa

Ebben a vizsgálatban előre feloldott por és ugyanazon, a Tergotometer berendezésbe nedves állapotban bevitt por tisztítóhatását hasonlítottuk össze. A tisztítóhatás különbsége a por nem teljes feloldódása által bekövetkező késleltetést vagy veszteséget jelzi.

Az előző példákban ismertetett, nagy sebességű granulációs eljárással alapporokat állítottunk elő, és a további alkotórészeket utánadagoltuk. Ömlesztett állapotban a porok sűrűsége meghaladta a 800 g/l értéket, a formulálásokat az alábbi (tömegrészben megadott) adatok jellemzik:

Alappor	N	30.	31.
CocoPAS	6,51	6,51	–
Nemionos felületaktív anyag:			
Lorodac 7	6,48	–	–
Lorodac 3	8,19	–	–
Lialet 111–7	–	6,48	–
Lialet 111–3	–	8,19	–
Vista Novel II 1012–52	–	–	14,67

Táblázat (folytatás)

Alappor	N	30.	31.
Szappan	2,26	2,26	2,26
MAP típusú zeolit (vízmentes)	41,74	41,74	41,74
Karbonát	1,11	1,11	1,11
SCMC	1,02	1,02	1,02
<i>Utánadagolás</i>			
Bevont perkarbonát	16,85	16,85	16,85
Kompaktált szilikát (80%)	3,67	3,67	3,67

A nemionos felületaktív anyagok a következők voltak:

Példa száma	Felületaktív anyag	Átlagos alkilánc-hossz	EO
N	Lorodac 7	12,75 (kókuszdíó)	7
	Lorodac 3	12,75 (kókuszdíó)	3
30.	Lialet 111-7	11,0	7
	Lialet 111-3	11,0	3
31.	Vista Novel II 1012-52 (szűk tartományú)	10,2	4,5

A vizsgálatokat poliészter szöveten lévő, radioaktív izotópokkal jelzett, triolein modellszennyeződést használva folytattuk le 20 °C hőmérsékleten 500 ml (csak kalciumsókat tartalmazó) 24 °f keménységű vízben 5 g/l termék koncentráció esetén.

A nedvesített port használó vizsgálatok esetén a (2,5 g tömegű) pormintát (10×10 cm méretű) gyapot anyagú szövetminták tetején helyeztük el, kis mennyiségű lágyított vízzel megnedvesítettük, majd 2 perc időtartamig állni hagytuk, mielőtt betettük a mosóvízbe. A mosást ezután közvetlenül megindítottuk. Az előzetesen feloldott porral lefolytatott mosási vizsgálatoknál a mosás megindítása előtt a port teljesen feloldottuk a mosóvízben.

A tisztítóhatást a trioleinszennyeződést 6, 10 és 20 perc mosási idő után eltávolított, %-ban kifejezett értékében adjuk meg. A %-os tisztítóhatást a következő módon definiáljuk:

$$\frac{\text{Por alakban kifejtett tisztítóhatás}}{\text{Előzetesen feloldott por tisztítóhatása}} \times 100$$

N összehasonlító példa

Mosási idő (min)	Kifejtett tisztítóhatás		% -os tisztítóhatás
	előzetes oldás esetén	por alakban	
6	16,56	6,82	41,2
10	27,31	12,88	47,2
20	40,96	25,14	61,4

30. példa

Mosási idő (min)	Kifejtett tisztítóhatás		% -os tisztítóhatás
	előzetes oldás esetén	por alakban	
6	11,07	6,95	62,8
10	18,41	12,99	70,6
20	27,69	24,76	89,4

31. példa

Mosási idő (min)	Kifejtett tisztítóhatás		% -os tisztítóhatás
	előzetes oldás esetén	por alakban	
6	60,50	36,07	59,6
10	70,91	52,35	73,8
20	79,36	68,20	85,9

Ezek az eredmények azt mutatják, hogy a rövidebb alkiláncú, nemionos felületaktív anyagok a maximálisan lehetséges tisztítóhatás nagyobb %-os értékét biztosítják. Az eredmények azt is mutatják, hogy a szűk tartományba eső, rövid alkiláncú Vista kereskedelmi nevű anyagok a két szélesebb tartományba eső anyag elegyéhez viszonyítva jobb tisztítóhatást eredményeznek.

SZABADALMI IGÉNYPONTOK

1. Szemcsés detergenskészítmény, amelynek sűrűsége ömlesztett állapotban legalább 600 g/l, és amely 5–50 tömeg% felületaktív rendszert tartalmaz, amely etoxilezett, nemionos felületaktív anyagból, 5–80 tömeg% mennyiségben legalább egy detergensalkotóból és adott esetben 100 tömeg%-hoz szükséges mennyiségben más detergens-alkotórészekből áll, *azzal jellemezve*, hogy az etoxilezett, nemionos felületaktív anyag etilén-oxidnak átlagosan 12-nél kevesebb szénatomos alkilánc-hosszúságú, alifás alkohollal alkotott, legfeljebb 8-as átlagos etoxilezési fokú, kondenzációs termékét tartalmazza, és a felületaktív rendszer átlagosan legalább 12 szénatomos lánchosszúságú, alifás alkohol etilén-oxiddal alkotott, 7-nél kisebb etoxilezési fokú, etoxilezett, nemionos felületaktív anyagoktól mentes.

2. Az 1. igénypont szerinti detergenskészítmény, *azzal jellemezve*, hogy etoxilezett, nemionos felületaktív anyagként etilén-oxidnak átlagosan 9–11,5 szénatomos alkilánc-hosszúságú alifás alkoholla alkotott, 2,5–8 átlagos etoxilezési fokú kondenzációs termékét tartalmazza.

3. Az 1. igénypont szerinti detergenskészítmény, *azzal jellemezve*, hogy átlagosan legalább 12 szénatomos alkilánc-hosszúságú, alifás alkohol etilén-oxiddal képzett kondenzációs termékéből álló, etoxilezett, nemionos felületaktív anyagtól mentes felületaktív rendszert tartalmaz.

4. Az 1. igénypont szerinti detergenskészítmény, *azzal jellemezve*, hogy legalább 50 tömeg%-ban átlagosan

12-nél kevesebb szénatomos alkilánc-hosszúságú, alifás alkoholból származó, etoxilezett, nemionos felületaktív anyagot tartalmaz.

5. A 4. igénypont szerinti detergenskészítmény, *azzal jellemezve*, hogy legalább 75 tömeg%-ban átlagosan 12-nél kevesebb szénatomos alkilánc-hosszúságú, alifás alkoholból származó, etoxilezett, nemionos felületaktív anyagot tartalmaz.

6. Az 1. igénypont szerinti detergenskészítmény, *azzal jellemezve*, hogy átlagosan 9–11 szénatomos alkilánc-hosszúságú, alifás alkoholból származó, etoxilezett, nemionos felületaktív anyagot tartalmaz.

7. Az 1. igénypont szerinti detergenskészítmény, *azzal jellemezve*, hogy átlagosan 10–11,5 szénatomos alkilánc-hosszúságú, alifás alkoholból származó, etoxilezett, nemionos felületaktív anyagot tartalmaz.

8. Az 1. igénypont szerinti detergenskészítmény, *azzal jellemezve*, hogy 2,5–6,5 átlagos etoxilezési fokú, etoxilezett, nemionos felületaktív anyagot tartalmaz.

9. Az 1. igénypont szerinti detergenskészítmény, *azzal jellemezve*, hogy a felületaktív rendszer továbbá anionos felületaktív anyagot tartalmaz.

10. A 9. igénypont szerinti detergenskészítmény, *azzal jellemezve*, hogy anionos felületaktív anyagként primer alkohol-szulfátot tartalmaz.

11. Az 1. igénypont szerinti detergenskészítmény, *azzal jellemezve*, hogy

i) 60–100 tömeg% etoxilezett, nemionos felületaktív anyagból és

5 ii) 0–40 tömeg% primer, 8–18 szénatomos alkohol-szulfátból

álló felületaktív rendszert tartalmaz.

12. Az 1. igénypont szerinti detergenskészítmény, *azzal jellemezve*, hogy 15–50 tömeg% mennyiségű felületaktív rendszert tartalmaz.

13. Az 1. igénypont szerinti detergenskészítmény, *azzal jellemezve*, hogy 20–60 tömeg% detergensalkotót tartalmaz.

14. A 13. igénypont szerinti detergenskészítmény, *azzal jellemezve*, hogy detergensalkotóként 20–60 tömeg% (vízmentes anyagként számított) alkálifém-alumino-szilikátot tartalmaz.

15. A 13. igénypont szerinti detergenskészítmény, *azzal jellemezve*, hogy detergensalkotóként 20–60 tömeg% (vízmentes anyagként számított), legfeljebb 1,33 szilícium:alumínium atomarányú, P típusú zeolitot tartalmazó alkálifém-alumino-szilikátot tartalmaz.

16. Az 1. igénypont szerinti detergenskészítmény, *azzal jellemezve*, hogy sűrűsége ömlesztett állapotban legalább 700 g/l.