

PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

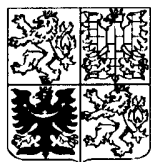
zveřejněná podle § 31 zákona č. 527/1990 Sb.

(21) Číslo dokumentu:

708-98

(19)

ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(22) Přihlášeno: **13. 09. 96**

(32) Datum podání prioritní přihlášky: **18.09.95**

(31) Číslo prioritní přihlášky: **95/95306547**

(33) Země priority: **EP**

(40) Datum zveřejnění přihlášky vynálezu: **14. 10. 98**
(Věstník č. 10/98)

(86) PCT číslo: **PCT/US96/14864**

(87) PCT číslo zveřejnění: **WO 97/11149**

(13) Druh dokumentu: **A3**

(51) Int. Cl.⁶:

C 11 D 11/02
C 11 D 17/06

(71) Přihlášovatel:

THE PROCTER & GAMBLE COMPANY,
Cincinnati, OH, US;

(72) Původce:

Alam Zayeed, Newcastle upon Tyne, GB;
Fitgibbon Kay Emma, Newcastle upon Tyne,
GB;
Dorset Andrew, Tyne & Wear, GB;

(74) Zástupce:

PATENTSERVIS PRAHA a.s., Jívanská 1,
Praha 4, 14000;

(54) Název přihlášky vynálezu:

Způsob výroby granulovaných detergentů

(57) Anotace:

Řešení poskytuje vodnou suspenzi /kaši/, jež obsahuje aniontové povrchově aktivní látky a hlinitokřemičitan a současně má nízkou viskozitu vhodnou pro sušení rozprašováním k tvorbě křehkého, volně tekoucího prášku. Vodná suspenze dále obsahuje méně než 5 hm.% křemičitanu a alespoň 1 hm.% anorganické soli nebo směs anorganických solí, přičemž přidání anorganické soli zvětšuje iontovou vodivost vodné suspenze. Suspenze je následně sušena na detergentní směs v drobných částicích.

CZ 708-98 A3

24.07.98
PV 708-98

Způsob výroby granulovaných detergentů

Oblast techniky

Předložený vynález se týká způsobu přípravy směsi detergentů z drobných částic, zejména sušením vodné kaše rozprašováním. Rovněž jsou ukázány detergenční směsi z drobných částic.

Dosavadní stav techniky

Mnohé granulované, komerčně prodávané detergenty obsahují hlinitokřemičitan sodný jako jedinou složku nebo jako komponentu systému složek. Je známo např. z patentu JP 204.098/1983, podaného 28. listopadu 1983, že zahřáté vodné kaše, jako např. ty, jež jsou používány v obvyklých procesech sušení rozprašováním, které obsahují jak hlinitokřemičitan sodný tak vodorozpustný křemičitan, způsobují vznik nerozpustných komplexů. Tyto nerozpustné komplexy jsou u pracích detergentů nežádoucí, protože mohou mít za následek zbytky na praném výrobku. Kromě toho bez křemičitanu, jenž působí jako práškový strukturant, může být granulometrické složení rozprašováním sušeného prášku nepříjemně široké.

V nepřítomnosti vodorozpustného křemičitanu ve vodné kaši byly jako práškové strukturanty navrženy různé jiné složky, jež jsou užitečné k dosažení křehkého, volně tekoucího, rozprašováním sušeného prášku. Mj. mezi práškovými strukturanty, které byly navrženy, jsou filmy tvořící polymery: polykarboxyláty (např. US-A-4,379.080); polyakryláty (např. JP 204.098/1983); sacharóza a její deriváty (např. EP-A-0 215.637); seskviuhličitan sodný (např. EP-A-0 242.138).

- Avšak, pokud nejsou práškové strukturanty požadovány vyjadřovatelem jako aktivní součásti, pak jsou nákladným pomocným prostředkem pro výrobu.

Vodnou kaši, jež neobsahuje ani vodorozpustný křemičitan, ani nějaký alternativní práškový strukturant, lze obtížně sušit rozprašováním. Zejména vysoké vodné koncentrace jsou při sušení rozprašováním obecně potřebné pro udržování viskozity kaše dostatečně nízké tak, aby byly poskytovány křehké, volně tekoucí částice žádoucí velikosti zrn.

Nevýhodou vysokých vodných koncentrací je, že během sušení musí být odstraněn nadbytek vody, na což je zapotřebí spousta energie.

W090/04630, publikovaný 4. května 1990, popisuje způsob přípravy uhličitan obsahující kaše, jež obsahuje alkylpolyglykozid a chlorid alkalického kovu. Zeolit A je navržen jako jedna možná složka, i když v přítomnosti křemičitanu (asi 7% podle hmotnosti v tab. VI).

Cílem tohoto vynálezu je vyhnout se problémům se zbytky tím, že se podstatně opomine křemičitan z vodné kaše, jež obsahuje aniontové povrchové činidlo a hlinitokřemičitan, a současně poskytnout kaši o nízké viskozitě vhodnou pro sušení rozprašováním k vytvoření křehkého, volně tekoucího prášku.

Podstata vynálezu

Podle vynálezu je tohoto cíle dosaženo tvorbou vodné kaše, jež dále obsahuje méně než 5 hm. % křemičitanu a méně než 1 hm.% anorganické soli nebo směsi anorganických solí, a jehož pomocí přidání anorganické soli zvětšuje iontovou vodivost vodné kaše a následné sušení pro vznik směsi detergentu z drobných částic.

Anorganická sůl je nejlépe sůl alkalického kovu nebo sůl kovu alkalických zemin nebo jejich směsi s halogenidem, dusičnanem nebo citronanem, nejlépe chloridem sodným.

Ve výhodnějším ztělesnění vynálezu krok přidání anorganické soli zvětšuje iontovou vodivost vodné kaše alespoň o 3 milisiemensů a raději alespoň o 5 milisiemensů.

Další aspekt vynálezu se týká práškových směsí detergentů sušených rozprašováním. Přednostní směsi obsahují:

alespoň jedno povrchově aktivní činidlo a nejlépe alespoň 5 hm.% takového činidla;

od 2 do 80%, a nejlépe od 10 do 50 hm.% příslušného hlinitokřemičitanu;

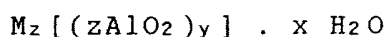
od 1 do 20 hm.% anorganické soli vybrané ze skupiny skládající se z halogenidů, dusičnanů, citronanů nebo jejich směsi, a nejlépe od 2 do 10 hm.% alkalického kovu, nejlépe chloridu sodného; a

méně než 5 hm.%, nejraději méně než 2 hm.% křemičitanu.

Příklady provedení vynálezu

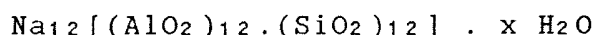
Podrobný popis vynálezu

Základní složky směsí tohoto vynálezu jsou hlinitokřemičitanové složky, jako jsou ty, jež mají empirický vzorec:



kde z a y jsou celá čísla (o hodnotě minimálně 6), molární poměr z k y je v rozmezí od 1,0 zhruba do 0,5, a x je celé číslo zhruba od 15 až zhruba do 264.

Užitečné hlinitokřemičitanové iontoměničové materiály jsou obchodně k dispozici. Tyto hlinitokřemičitany mohou mít krystalickou nebo amorfni strukturu a mohou to být přirozeně se vyskytující hlinitokřemičitany nebo jejich syntetické deriváty. Způsob přípravy hlinitokřemičitanových iontoměničových materiálů je uveden v patentu US 3,985.669, Krummel et al., vydaném 12. října 1976. S oblibou používané syntetické krystalické hlinitokřemičitanové iontoměničové materiály jsou zde k dispozici pod označením zeolit A, zeolit P(B), zeolit MAP, zeolit X a zeolit Y. Ve zvlášť výhodném ztělesnění má krystalický hlinitokřemičitanový iontoměničový materiál vzorec:



kde x je zhruba v rozmezí od 20 do 30, zvlášť asi 27. Tento materiál je znám jako zeolit A. Dehydratované zeolity (x = 0-10) a "přesušené" zeolity (x = 10-20) zde mohou být rovněž používány. "Přesušené" zeolity jsou obzvlášť užitečné, když je potřebné prostředí s nízkou vlhkostí, např. ke zlepšení stability detergentů na bělení, jako je např. perboritan a perkarbonát. Nejlépe je, když má hlinitokřemičitan velikost částic o průměru asi 0,1-10 μm. Preferované iontoměničové materiály mají průměr zhruba od 0,2 μm do 4 μm. Termín "průměr velikosti částic" zde představuje průměrný průměr velikosti částic podle hmotnosti daného iontoměničového materiálu, jak je určen obvyklými analytickými technikami, jako je např. mikroskopické stanovení využívající rastrovací (snímací) elektronový mikroskop.

Krystalické zeolitové (na bázi zeolitu A) materiály se zde obvykle dále vyznačují jejich vápenatou iontoměničovou kapacitou, která je alespoň asi 200 mg ekvivalentu tvrdosti vody CaCO_3 na 1 g hlinitokřemičitanu, vypočteného na bezvodé bázi, a jež je obecně v rozsahu zhruba od 300 mg ekv./g zhruba do 352 mg ekv./g. Zeolitové materiály (A) se zde ještě dále vyznačují jejich rychlostí výměny vápenatých iontů, jež je alespoň zhruba 2 grainy Ca^{++} /galon/min/gr/galon (0,13 g Ca^{++} /galon/min/gr/galon/l) hlinitokřemičitanu (na bezvodé bázi), a obecně leží v rozsahu zhruba od 2 grainů(galon/min/gr/galon (0,13 g Ca^{++} /l/min//gr/l) do 6 grainů/galon/min/gr/galon (0,39 g Ca^{++} /l/min/gr/l), založeném na tvrdosti vápenatého iontu. Optimální hlinitokřemičitan pro stavební účely vykazuje rychlost výměny vápenatého iontu alespoň zhruba 4 grainy/galon/min/gr/galon (0,26 g Ca^{++} /l/min/gr/l).

Granulované aglomeráty tohoto vynálezu obsahují rovněž jiné součásti detergentů.

Vodorozpustné soli vyšších mastných kyseliny, tj. "mýdla", jsou užitečnými aniontovými povrchově aktivními činidly ve zde uvedených směsích. Toto zahrnuje alkalická mýdla, jako např. sodné, draselné, amonné a alkylamonné soli vyšších mastných kyselin obsahujících zhruba 8 až zhruba 24 uhlíkových atomů a nejlépe zhruba od 12 do 18 uhlíkových atomů. Mýdla mohou být vyráběna přímým zmýdlením tuků a olejů nebo neutralizací volných mastných kyselin. Zvláště užitečné jsou sodné a draselné soli směsí mastných kyselin odvozených z kokosového oleje a loje, tj. sodné nebo draselné lojové a kokosové mýdlo.

Užitečné aniontové povrchově aktivní látky rovněž obsahují vodorozpustné soli, nejlépe alkalické, amonné a alkylamonné soli organických sírových reakčních produktů majících ve své molekulární struktuře alkylskupinu obsahujících zhruba 10 až 20 uhlíkových atomů a esterskupinu kyseliny sulfonové nebo sírové. (V termínu "alkyl" je obsažena alkylová část acylskupin.) Příklady této skupiny syntetických povrchově aktivních činidel jsou sodné a draselné alkylsulfáty, zejména ty, jež jsou získány sulfatací vyšších alkoholů (obsahujících zhruba 8 až 18 atomů uhlíku), jako např. těch, jež jsou vyrobeny redukcí glyceridů loje nebo kokosového oleje; a sodné a draselné alkylbenzensulfonáty, v nichž alkylskupina obsahuje zhruba od 9 do 15

uhlíkových atomů v konfiguraci přímého nebo rozvětveného řetězce, např. sulfonáty typu popsaného v patentu U.S. Pat. Nos. 2,220.099 a 2,477.383; a metylestersulfonáty. Zejména cenné jsou lineární alkylbenzensulfonáty s rovně probíhajícím řetězcem, u nichž je průměrný počet uhlíkových atomů v alkylskupině je od 11 do 13, zkráceně značené jako C₁₁-C₁₃ LAS.

Jiné aniontové povrchově aktivní látky jsou zde sodné alkylglycerylétersulfonáty, zejména ty étery z vyšších alkoholů odvozených od loje a kokosového oleje; sodné sulfonáty a sírany monoglyceridů odvozených z mastných kyselin z kokosového oleje; sodné nebo draselné soli alkylfenoletylénooxidoétersulfátů obsahujících zhruba 1 až 10 jednotek etylénoxidu na molekulu a v níž alkylskupiny obsahují zhruba 8 až 12 uhlíkových atomů; a sodné nebo draselné soli alkyletylénoxidétersulfátů obsahujících zhruba 1 až 10 jednotek etylénoxidu na molekulu a v nichž alkylskupina obsahuje zhruba 10 až 20 atomů uhlíku.

Další užitečné aniontové povrchově aktivní látky zde obsahují vodorozpustné soli esterů α -sulfonovaných mastných kyselin obsahujících zhruba 6 až 20 uhlíkových atomů ve skupině mastné kyseliny a zhruba 1 až 10 atomů uhlíku v esterové skupině; vodorozpustné soli kyselin 2-acyloxy-alkan-1-sulfonových obsahující zhruba od 2 do 9 uhlíkových atomů v acylskupině a zhruba od 9 do 23 uhlíkových atomů v alkanové části; alkylétersulfáty obsahující zhruba od 10 do 20 uhlíkových atomů v alkylskupině a zhruba od 1 do 30 molů etylénoxidu; vodorozpustné soli olefinsulfonátů obsahující zhruba od 12 do 24 atomů uhlíku; a β -alkyloxyalkansulfonáty obsahující zhruba 1 až 3 uhlíkové atomy v alkylskupině a zhruba 8 až 20 uhlíkových atomů v alkanové části.

Vodorozpustné neiontové povrchově aktivní látky jsou rovněž užitečné jako povrchově aktivní činidla ve směsích podle daného vynálezu. Vskutku, přednostní procesy používají aniontové/neiontové směsi. Takové neiontové materiály obsahují sloučeniny vyrobené kondenzací alkylénoxidových skupin (v podstatě hydrofilních) s organickou hydrofobní sloučeninou, jež může být ve své podstatě alifatická nebo alkylaromatická. Délka polyoxyalkylénové skupiny, jež je kondenzována s jakoukoliv jednotlivou hydrofobní skupinou, může být snadno

nastavena, aby dala vodorozpustnou sloučeninu mající žádoucí stupeň rovnováhy mezi hydrofilními a hydrofobními prvky.

Vhodné neiontové povrchově aktivní látky obsahují polyetylénoxidové kondenzáty alkylfenolů, např. kondenzační produkty alkylfenolů mající alkylskupinu obsahující zhruba od 6 do 16 uhlíkových atomů v konfiguraci buď přímého nebo rozvětveného řetězce se zhruba 4 až 25 moly etylénoxidu na mol alkylfenolu.

Přednostně neiontové jsou vodorozpustné kondenzační produkty alifatických alkoholů, obsahujících 8 až 22 uhlíkových atomů v konfiguraci buď přímého nebo rozvětveného řetězce, s 1 až 25 moly etylénoxidu na mol alkoholu, obzvláště 2 až 7 moly etylénoxidu na mol alkoholu. Zvláště preferovány jsou kondenzační produkty alkoholů mající alkylskupinu obsahují zhruba 9 až 15 atomů uhlíku; a kondenzační produkty propylénglykolu s etylénoxidem.

Jiné upřednostňované neiontové látky jsou polyhydroxyamidy mastných kyselin, jež mohou být připraveny reakcí esteru mastné kyseliny a N-alkylpolyhydroxyaminu. Preferovaný amin pro použití v tomto vynálezu je $N-(R_1)-CH_2(CH_2OH)_4-CH_2OH$ a podobně upřednostněný ester je metylester mastné kyseliny s 12 až 20 uhlíkovými atomy. Nejvíce upřednostňovaným je reakční produkt N-metylglukaminu (jenž může být odvozen z glukózy) s metylesterem mastné kyseliny s 12 až 20 atomy uhlíku.

Způsoby výroby polyhydroxyamidů mastných kyselin byly popsány ve WO 9206073, publikovaném 16. dubna 1992. Tato patentová přihláška popisuje přípravu polyhydroxyamidů mastných kyselin v přítomnosti rozpouštědel. Ve vysoce upřednostňovaném ztělesnění vynálezu reaguje N-metylglukamin s $C_{12}C_{20}$ metylesterem. Říká se zde rovněž, že hlavní složka směsí granulovaných detergentů je může shledat výhodným k rozběhnutí amidačních reakcí v přítomnosti rozpouštědel, která obsahují alkoxylované, zejména etoxylované (EO 3-8) $C_{12}C_{14}$ alkoholy (str. 15, ř. 22-27). To dává přímo systémy neiontových povrchově aktivních látek, jež jsou vhodné pro použití v tomto vynálezu, jako jsou např. ty, jež obsahují N-metylglukamid a $C_{12}-C_{14}$ alkoholy s průměrem 3 etoxylátové skupiny na molekulu.

Semipolární neiontové povrchově aktivní látky obsahují vodorozpustné aminoxidy obsahující jeden alkylový podíl zhruba od 10 do 18 uhlíkových atomů a 2 podíly vybrané ze skupiny skládající se z alkylskupin a hydroxyalkylskupin obsahující 1 až 3 atomy uhlíku; vodorozpustné fosfinoxidy obsahující jeden alkylový podíl o zhruba 10 až 18 uhlíkových atomech a 2 podíly zvolené ze skupiny skládající se z alkylskupin a hydroxyalkylskupin obsahujících zhruba 1 až 3 uhlíkové atomy; a vodorozpustné sulfoxidy obsahující jednu alkylovou část se zhruba 10 až 18 uhlíkovými atomy a podíl vybraný ze skupiny skládající se z alkylových a hydroxyalkylových podílů s 1 až 3 atomy uhlíku.

Amfolytické povrchově aktivní látky obsahují deriváty alifatických derivátů heterocyklických sekundárních a terciárních aminů, v nichž alifatická část může být buď přímý nebo rozvětvený řetězec, a kde jeden z alifatických substituentů obsahuje zhruba 8 až 18 uhlíkových atomů a alespoň jeden alifatický substituent obsahuje aniontovou vodorozpustnou skupinu.

Obojetné iontové povrchově aktivní látky obsahují deriváty alifatických kvartérních amoniových, fosfoniových a sulfoniových sloučenin, v nichž jeden z alifatických substituentů obsahuje zhruba 8 až 18 uhlíkových atomů.

Prospěšné kationtové povrchově aktivní látky obsahují vodorozpustné kvartérní amoniové sloučeniny ve formě $R_4R_5R_6R_7N^+X^-$, kde R_4 je alkyl mající od 10 do 20, raději od 12 do 18 uhlíkových atomů, a R_5 , R_6 a R_7 jsou C_1 až C_7 alkyly, nejlépe metyl; X^- je anion, např. chlorid. Příklady takových trimetylamoniových sloučenin obsahují C_{12-14} alkyltrimetylamoniumchlorid a alkyltrimetylamoniummetosulfát.

Granulované detergenty z tohoto vynálezu mohou obsahovat neutrální nebo alkalické soli, jež mají hodnotu pH v roztoku 7 a výše a mohou být ve své podstatě organické nebo anorganické. Základní stavební sůl zajišťuje žádoucí hustotu a základní hmotnost granulím detergentu. Ačkoliv některé soli jsou inertní, mnohé z nich fungují rovněž jako detergenční stavební materiály v pracím roztoku.

Užitečné vodorozpustné soli obsahují sloučeniny běžně známé jako stavební složky detergentů. Tyto složky jsou obecně vybírány z různých

vodorozpustných, alkalických, amonných nebo substituovaných amonných fosforečnanů, polyfosforečnanů, fosfonátů, polyfosfonátů, uhličitanů, křemičitanů, boritanů a polyhydroxysulfonátů. Preferovány jsou alkalické, zejména sodné, soli výše uvedených kyselin.

Specifickými příklady anorganických fosforečnanových složek jsou tripolyfosforečnan, pyrofosforečnan a polymerní metafosforečnan, mající stupeň polymerace zhruba od 6 do 21, a ortofosforečnan sodný a draselný. Příklady polyfosfonátových složek jsou sodné a draselné soli kyseliny etyléndifosfoniové, sodné a draselné soli kyseliny etan-1-hydroxy-1,1-difosfoniové a sodné a draselné soli kyseliny etan-1,1,2-trifosfoniové. Jiné fosforové stavební složky jsou uvedeny v patentech U.S. Pat. Nos. 3,159.581; 3,213.030; 3,422.021; 3,422.137; 3,400.176 a 3,400.148, jež jsou sem začleněny příslušným odkazem.

Příklady nefosforových, anorganických stavebních složek jsou uhličitan, hydrouhličitan, seskviuhličitan, tetraboritan dekahydrát a křemičitan sodný a draselný mající molární poměr SiO_2 k alkalickému oxidu zhruba od 0,5 do 4,0, nejraději zhruba od 1,0 do 2,4.

Polymery

Užitečné jsou rovněž různé organické polymery, z nichž některé mohou fungovat jako stavební složky ke zlepšení detergenčních schopností. Mezi takovými polymery mohou být zmíněny sodné karboxycelulózy ve spojení s nižšími alkylcelulózami, nižší alkylcelulózy sodné a sodné hydroxycelulózy ve spojení s nižšími alkylcelulózami, jako je karboxymethylcelulóza sodná, methylcelulóza sodná a hydroxypropylcelulóza sodná, homo- a kopolymery aminokyselin (zejména homo- a kopolymery kyseliny asparagové a glutamové), polyvinylalkoholy (jež často rovněž obsahují určitou část polyvinylacetátu), polyakrylamidy, polyakryláty a různé kopolymery, jako např. kopolymery kyseliny maleinové a akrylové, zejména terpolymery maleino-, akryl- a vinylalkoholu. Molekulární hmotnosti se u těchto polymerů široce mění, ale většinou jsou v rozsahu od 2.000 do 100.000. Jinými vhodnými polymery jsou polymery polyamino-N-oxidu, kopolymery N-vinylpyrrolidonu a N-vinylimidazolu, polyvinylpyrrolidonové polymery, polyvinylloxazolidony a polyvinylimidazoly nebo jejich směsi. Polymerní polykarboxylátové

složky jsou uvedeny V U.S. Pat. 3,308.067, Diehl, vydaném 7. března 1967. Takové materiály obsahují vodorozpuštěné soli homo- a kopolymerů alifatických karboxylových kyselin, jako např. kyseliny maleinové, itakonové, mesakonové, fumarové, akonitové, citrakonové, metylénmalonové, metylakrylové a PEG. V předloženém vynálezu je dáována přednost tomu, aby polymerní polykarboxyláty byly v podstatě vypuštěny z vodné kaše. Tím, že budou v podstatě vynechány, preferuje se méně než 5 hm.% vodné kaše, a raději méně než 2 hm.%.

Anorganické soli

Má-li kvalifikovaná osoba široký rozsah anorganických solí, z nichž může vybírat, je základním rysem tohoto vynálezu, že by anorganická sůl měla mít za následek zvětšenou iontovou vodivost vodné kaše. Iontová vodivost vodné kaše závisí nejen na použité anorganické soli, ale rovněž na jejím použitém množství a rovněž na složení vodné kaše. Zjistilo se, že halogenidy, zejména chloridy, dusičnany a citronany jsou zvláště účinné anorganické soli, jež, když jsou použity v preferovaných koncentracích, mají účinek zvětšení iontové vodivosti vodné kaše. Uhličitany a sírany jsou méně účinné a mohou docela dobře způsobit zmenšení iontové vodivosti dané kaše. Aniž bychom si přáli vázat se na nějakou teorii, lze se domnívat, že vyšší iontová vodivost vodné kaše potlačuje vznik vysoce viskózních povrchově aktivních fází, jež se pak dále obtížně suší. Tím, že se podporují méně viskózní povrchově aktivní fáze, vznikají z vodné kaše snadněji volně tekoucí, křehké částice mající dobré rozložení velikostí částic.

Silikonové oleje

Do konečné směsi či kompozice mohou být suchým přidáváním začleněny rovněž látky potlačující praní částic v mýdlové vodě. Přednostně je činnost potlačující praní těchto částic založena na mastných kyselinách nebo silikonech.

Volitelné možnosti

Do směsí podle tohoto vynálezu mohou být zahrnuty i další složky či přísady běžně používané v detergenčních směsích. Ty obsahují pomocné prostředky ke zlepšení toku, barevné tečky či znamínka, bělicí

prostředky a aktivátory, podporovače či potlačovače praní v mýdlové vodě, prostředky nepůsobící korozi a antikorozní prostředky, prostředky zamezující znečištění, aniontové a neiontové prostředky k uvolňování špíny, barviva, hlínky, flokulační prostředky, STS, plniva, optické leskutvorné přísady, dezinfekční prostředky, prostředky k nastavování pH, nesložkové (nestavební) zdroje alkalinity, hydrotropní látky, enzymy, prostředky ke stabilizaci enzymů, chelatační prostředky (včetně EDDS) a parfémy.

Tyto volitelné přísady, zejména optické leskutvorné přísady, mohou být začleněny buď přímo do uvedených aglomerátů nebo mohou být složkami oddělených částic vhodných pro suché přidávání k aglomerátům podle daného vynálezu.

Zpracování

Vodná kaše může být připravena vsázkovým (šaržovitým) nebo kontinuálním procesem. Nejvýhodněji je používán diskontinuální míchač nebo "berlovité míchadlo", v nichž jsou různé detergenční složky buď rozpouštěny nebo suspendovány ve vodě. V typickém případě obsahuje vodná kaše zhruba 20 až 60 hm.% vody, spíše zhruba 30 až 40 hm.%. K tomuto se odkazuje jako vlhkosti směsi míchadla. Ve způsobu podle tohoto vynálezu není pořadí přidávání anorganické soli a dalších složek vodné suspenze (nebo "míchací směsi") považováno za kritické. Je základním rysem tohoto vynálezu, že iontová vodivost vodné kaše (suspenze), jež obsahuje anorganickou sůl, musí být větší než iontová vodivost vodné kaše či suspenze v nepřítomnosti anorganické soli. Je dávána přednost tomu, že přidání anorganické soli má za následek vodnou suspenzi mající iontovou vodivost, jež je alespoň o 3 milisiemensy vyšší než odpovídající vodná suspenze, kde byla anorganická sůl vynechána.

Sušení vodné kaše či suspenze může být dosaženo jakýmkoliv z několika známých procesů známých kvalifikované zkušené osobě, ale je dáváno přednost jeho uskutečnění sušením rozprašováním. Po provedení způsobu sušení rozprašováním je připravena vodná kaše zahrnující pevné látky. Kaše či suspenze je pak odčerpávána při vysokém tlaku rozprašovacími či rozstřikovacími tryskami do sušicí věže, kde je odváděna nadbytečná voda, čímž se vytváří roztékavý prášek. Výsledný prášek může být pak

přestříkán kapalnými přísadami, zejména neiontovými povrchově aktivními látkami, pro něž má daný prášek vysokou adsorpční kapacitu dříve, než ztratí svou dobrou (prů)tokovou charakteristiku. Další práškované komponenty konečného pracího detergentu mohou být míchány zasucha s tekutým práškem vyrobeným výše uvedeným způsobem.

ZKUŠEBNÍ METODA

Postup pro test vodivosti

1. Připravte vzorek 15 kg vodné kaše (suspenze) pro sušení rozprašováním.
2. Vzorek dejte do velké nádoby (vědra) o průměru 400 mm a výšce 500 mm.
3. Nechte směs ochladit na 30°C.
4. S použitím měřiče vodivosti Jenwat 4020 změřte vodivost vodné kaše.

PŘÍKLADY

Složení vodné suspenze (hm. %)

	Odkaz	Příkl. 1	Př. 2	Př. 3	Př. 4
LAS	11,2	11,2	11,7	11,2	11,2
Zeolit A	26,2	26,2	30,0	26,2	26,2
Voda	33,0	33,0	34,5	33,0	33,0
Chelatotvorný prostředek	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3
Leskutvorná přísada	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Síran hořečnatý	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3
Karboxymethylcelulóza	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3
HEDP	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3
Kopolymer maleinové a akrylové kyseliny	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4
Různé	2,2	2,2	2,3	2,2	2,2
Síran sodný	25,7	21,4	21,4	24,3	18,5
Chlorid sodný	0	4,3	1,4	7,2	0
Citronan sodný	0	0	0	0	4,3
Vodivost (milisiemens)	10	19	17	21	13

24.07.98

Složení vodné suspenze (hm. %)

Příkl. 5 Př. 6 Př. 7 Př. 8 Př. 9

LAS	11,2	11,2	11,7	11,2	11,2
Zeolit A	26,2	26,2	30,0	26,2	26,2
• Voda	33,0	33,0	34,5	33,0	33,0
• Chelatotvorný prostředek	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3
• Leskutvorná přísada	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Síran hořečnatý	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3
Karboxymethylcelulóza	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3
HEDP	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3
Kopolymer kyseliny					
akrylové a maleinové	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4
Různé	2,2	2,2	2,2	2,2	2,2
Síran sodný	21,4	21,4	21,4	21,4	21,4
Chlorid draselný	4,3	0	0	0	0
Dusičnan draselný	0	4,3	0	0	0
Citronan draselný	0	0	4,3	0	0
Chlorid vápenatý	0	0	0	4,3	0
Dusičnan vápenatý	0	0	0	0	4,3
Vodivost	19	17	13	16	14
(milisiemens)					

Vodná kaše či suspenze je zahřáta na 70°C a pak je dopravována dále k řadě tlakových čerpadel. To zvětší tlak směsi až na 80 bar. Vzduch je pak vstřikován do směsi při tlaku 100 bar. Vysokotlaká směs je pak směřována k vršku věže pro sušení rozprašováním. Zde je profukována sadou trysek, jež jsou v rozmezí o průměru otvoru až do 1 mm. Trysky rozprašují danou suspenzi do kapek. Vlhkost je odváděna z těchto částic při jejich pádu věží s dobou zádrže až 180 sekund na základě kontaktu s horkým vzduchem při 275°C . Na dně věže je shromažďován vyfukovaný prášek s hustotou v rozmezí 300-550 g/l. Vyplývající nafoukaný prášek má vlhkost v rozmezí 5-15% s většinou částic majících velikost v rozsahu 150-1200 μm .

24.07.98

P A T E N T O V É N Á R O K Y

1. Způsob přípravy detergenční směsi v částicích, jenž obsahuje:
 - (a) vznik vodné suspenze obsahující vodu, aniontovou povrchově aktivní látku a alespoň 0,5% hlinitokřemičitanu sodného,
 - (b) přidávání anorganické soli nebo směsi anorganických solí k vodné suspenzi,
 - (c) sušení suspenzevyznačující se tím, že vodná suspenze obsahuje alespoň 1 hm.% anorganické soli, přičemž přidání anorganické soli zvětšuje iontovou vodivost vodné suspenze, a kde vodná suspenze obsahuje méně než 5 hm.% křemičitanu.
2. Způsob podle nároku 1, kde je anorganická sůl vybrána ze skupiny skládající se z alkalických solí halogenidů, dusičnanů, citronanů nebo jejich směsí.
3. Způsob podle nároku 1, v němž je anorganická sůl vybrána ze skupiny skládající se ze solí kovů alkalických zemin z halogenidů, dusičnanů, citronanů nebo jejich směsí.
4. Způsob podle nároku 2, kde anorganickou solí je chlorid sodný.
5. Způsob podle jakéhokoliv z předchozích nároků, kde krok přidávání anorganické soli zvětšuje iontovou vodivost vodné suspenze alespoň o 3 milisiemensy.
6. Způsob podle nároku 1, kde rozsah aniontových povrchově aktivních látek je 1 až 50 hm.%, nejlépe od 5 do 20 hm.%.
7. Způsob podle nároku 1, v němž rozsah hlinitokřemičitanu sodného je 1 až 50 hm.%, raději od 5 do 30 hm.%.
8. Způsob podle nároku 1, v němž rozsah anorganické soli je 1 až 50 hm.%, spíše od 1 do 10 hm.%.
9. Prášek sušený rozprašováním obsahující:
 - (a) alespoň jednu povrchově aktivní látku,
 - (b) od 2 do 80 hm.% hlinitokřemičitanu,

24.07.99

(c) od 1 do 20 hm. % anorganické soli vybrané ze skupiny skládající se ze solí alkalických kovů nebo kovů alkalických zemin nebo jejich směsí z halogenidů, dusičnanů, citronanů nebo jejich směsí, a

(d) méně než 5 hm.% křemičitanu.

10. Rozprašováním sušený prášek podle nároku 9 obsahující:

(a) alespoň 5 hm.% povrchově aktivní látky,

(b) od 10 do 50 hm.% hlinitokřemičitanu,

(c) od 2 do 10 hm.% chloridu alkalického kovu, nejlépe chloridu sodného, a

(d) méně než 2 hm.% křemičitanu.