

(19)



SUOMI - FINLAND

(FI)

PATENTTI- JA REKISTERIHALLITUS
PATENT- OCH REGISTERSTYRELSEN
FINNISH PATENT AND REGISTRATION OFFICE

(10) **FI 902874 A7**

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

(21) Patentihakemus - Patentansökan - Patent application 902874

(51) Kansainvälinen patenttiluokitus - Internationell patentklassifikation -
International patent classification
C11D 11/04
C11D 1/83

(22) Tekemispäivä - Ingivningsdag - Filing date 08.06.1990

(23) Saapumispäivä - Ankomstdag - Reception date 08.06.1990

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig - Available to the public 10.12.1990

(43) Julkaisupäivä - Publiceringsdag - Publication date 13.06.2019

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

09.06.1989 US 364721

(71) Hakija - Sökande - Applicant

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

(72) Keksijä - Uppfinnare - Inventor

1 •Müller, Frank Joseph, USA, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)

2 •Hollihan, Lester John, USA, AMERIKAN YHDYSVALLAT, (US)

(74) Asiamies - Ombud - Agent

Kolster Oy Ab, Salmisaarenaukio 1, 00180 Helsinki

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

**Erillisten, runsaasti aktiivista aineosaa sisältävien pesuainerakenteiden muodostaminen käyttämällä jatkuvaa
neutralointijärjestelmää**

**Bildning av separata tvättmedelspartiklar innehållande rikligt av den aktiva komponenten medelst användning av ett
kontinuerligt neutralisationssystem**

Erillisten, erittäin aktiivisten pesuainerakeiden muodostaminen käyttämällä jatkuvaa neutralointijärjestelmää

5 Tämä keksintö koskee menetelmää erillisten, erittäin aktiivisten pesuainehiukkasten valmistamiseksi ja tällä menetelmällä valmistettuja pesuainehiukkasia. Tarkemmin määritettynä tämä menetelmä käsittää seuraavat vaiheet:

10 (a) saatetaan alkyylirikki- ja/tai alkyylisentseenisulfonihappo reagoimaan alkalimetallihydroksidiliuoksen (vähintään noin 62 paino-% hydroksidia) jatkuvassa neutralointijärjestelmässä;

15 (b) lisätään polyetyleeniglykolia, jonka moolimassa on noin 4 000 - 50 000 ja/tai tiettyjä etoksyloituja ionittomia pinta-aktiivisia aineita neutraloinnin aikana;

(c) muodostetaan pesuainehiukkasia.

20 Pesuaineteollisuudessa ollaan nykyisin kiinnostuneita konsentroiduista pesuainetuotteista. Nämä tuotteet tarjoavat etuja kuluttajalle, joka saa tuotteen, jota voidaan käyttää pienempiä määriä ja joka on helpompi säilyttää, ja tuottajalle ja välikäsille, joiden kuljetus- ja varastointikustannukset laskevat. Eräänä suurena vaikeutena on kuitenkin löytää halpa ja tehokas tapa valmistaa erittäin aktiivinen pesuainehiukkanen sisällytettäväksi konsentroituu pesuainetuotteeseen. "Erittäin aktiivisella" tarkoitetaan, että aktiivisen aineosan osuus on suurempi kuin noin 50 %.

30 Perinteinen menetelmä pesuainerakeiden valmistamiseksi on suihkukuivaus. Pesuaineen aineosat, kuten pinta-aktiivinen aine, pinta-aktiivisen aineen toimintaa tehostava aine (builderi), silikaatit ja karbonaatit, sekoitetaan tyypillisesti sekoitussäiliössä lietteeksi, joka sisältää noin 35 - 50 % vettä. Tämä liete jaetaan sitten hienojakoiseksi suikukuivaustornissa, jolloin kosteuspi-
35 toisuus laskee pienemmäksi kuin noin 10 %. On mahdollista

tiivistää suihkukuivatut hiukkaset tiiviiksi pesuainerakeiksi. Katso US-patenttijulkaisu 4 715 979 (Moore et al.), joka on julkaistu 29.12.1987. Suihkukuivauksen käytöllä tiivistettyjen rakeiden valmistamiseksi on kuitenkin joitakin haittapuolia. Suihkukuivaus kuluttaa paljon energiaa, eivätkä tuloksena olevat rakeet ole tyypillisesti kyllin tiiviitä ollakseen käyttökelpoisia konsentroidussa pesuainetuotteessa. Suihkukuivausmenetelmissä käytetään yleensä rajoitettua määrää (alle 40 %) orgaanisia komponentteja, kuten pinta-aktiivista ainetta, ympäristö- ja turvallisuusyistä.

Eräs tapa vähintään pesuainerakeiden suihkukuivauksen vaatimaa energiaa on suihkukuivaustorniin sumutettavan lietteen kosteuspitoisuuden alentaminen, ts. haihdutuskuormituksen vähentäminen. Eräänä vaihtoehtoisena menetelmänä erittäin aktiivisen pesuainehiukkasen valmistamiseksi on jatkuva neutralointi esimerkiksi jatkuvatoimisessa neutralointipiirissä. Saatavana on jatkuvatoimisia neutralointipiirejä, joihin voidaan lisätä suhteellisen väkevää emästä. Käyttämällä emäsluosta, joka sisältää noin 50 % natriumhydroksidia, mahdollistetaan tuloksena olevan neutraloidun pinta-aktiivista ainetta sisältävän tahnan kosteuspitoisuuden vähentämisen suunnilleen arvoon 16 %. Emästä, jonka kiintoainepitoisuus on suurempi kuin noin 50 %, ei ole kuitenkaan helppo lisätä olemassa oleviin jatkuviin neutralointijärjestelmiin, koska järjestelmät eivät pysty luotettavasti mukautumaan jäykkäliikkeisiin pinta-aktiivista ainetta sisältävään tahnaan eikä järjestelmiä ole suunniteltu sopiviksi korkeille lämpötiloille, joita tarvitaan väkevien emäsluosten käsittelyssä. Tähän mennessä ei ole ollut käytännöllistä käyttää jatkuvaa neutralointijärjestelmää tahnan kosteuspitoisuuden alentamiseen suunnilleen arvon 12 % alapuolelle, niin että tahnasta voidaan valmistaa erittäin aktiivisia pesuainerakeita ilman kuivaamista.

Seuraavissa julkaisuissa kuvataan tapoja vapaasti valuvien erittäin aktiivisten hiukkasten valmistamiseksi ilman kuivausta, käyttämällä pinta-aktiivista ainetta sisältävää tahnaa ja jatkuvaa neutralointijärjestelmää.

5 JP-patenttijulkaisuissa 61-118 500 (Hara et al., 5.6.1986) esitetään menetelmä konsentroitujen pesuainekoostumusten valmistamiseksi, jolle on tunnusmerkillistä pesuainekoostumuksen materiaalien jatkuva vaivaaminen ja näiden materiaalien, jotka sisältävät vähintään 30 paino-% pinta-aktiivista ainetta, syöttäminen ilmatiivistä tyyppiä olevaan vaivauslaitteeseen, jossa vallitsee säädelty paine 1 - 490 kPa.

15 JP-patenttijulkaisussa 60-072 999 (Satsusa et al., 25.4.1985) esitetään menetelmä voimakkaasti konsentroidun pesujauheen valmistamiseksi, jossa sekoitetaan sulfonaattia ja/tai sulfaattia natriumkarbonaatin ja veden kanssa voimakkaasti leikkaavassa sekoittimessa, jäädytetään seos lämpötilan 40 °C alapuolelle ja jauhetaan sitten yhdessä zeoliittijauheen ja pesuaineen muiden komponenttien kanssa.

20 US-patenttijulkaisussa 4 515 707 (Brooks, 7.5.1985) esitetään vedetön rasva-alkoholirikkihappo tai etoksyloitu rasva-alkoholirikkihappo, joka neutraloidaan kuivalla natriumkarbonaattijauheella jauhemaisen natriumtripolyfosfaatin läsnäollessa voimakkaasti leikkaavassa sekoittimessa. Kuiva, jauhemainen neutraloitu reaktiotuote varastoidaan, kunnes sitä tarvitaan palamuodossa olevan pesuaineen valmistamiseen.

30 US-patenttijulkaisussa 4 162 994 (Kovalchuk, 31.7.1979) esitetään suihkuvaamaton, builderiä sisältävä pyykinpesukoostumus, joka käsittää orgaanisen anionisen pinta-aktiivisen aineen kalsiumsuolaa, jossa pinta-aktiivinen aine ei ole saippua, ionitonta etoksyloidusta alkoholista muodostuvaa pinta-aktiivista ainetta, tietyn builderin alkalimetallisuolaa ja mahdollisesti kalsiumkarbonaattia.

EP-hakemusjulkaisussa 266 847 esitetään orgaanista happoa sisältävän, notkean, tahnamaisen pesuainekoostumuksen valmistus, joka käsittää lineaarisen alkyylibentseeni-sulfonihapon sekoittamisen natriumkarbonaatin kanssa, 5 seoksen neutraloinnin emäsluoksella, jolloin syntyy tahnamainen massa, ja sekoituksen aktiivisen orgaanisen hapon ja täyteaineen kanssa. Näiden koostumusten väitetään olevan käyttökelpoisia sisällytettäväksi useaan kertaan käytettäviin hankaustyyneihin, jotka on tarkoitettu käytettäviksi kylpyhuoneissa jne. saippua- ja kalkkisaostumien 10 poistoon.

Polyetyleeniglykolin ja etoksyloitujen ionittomien pinta-aktiivisten aineiden käyttörakeisissa pesuainekoostumuksissa on alalla tunnettua. Esimerkiksi JP-patenttijulkaisussa 61-231 099 (Sai et al., 15.10.1986) esitetään 15 konsentroituja jauhemaisia pesuaineita, jotka sisältävät

(a) anionista pinta-aktiivista ainetta,

(b) polykarboksyylihappopolymeeriä tai sen suolaa

ja

20 (c) polyetyleeniglykolia tiettyinä prosenttiosuuksia ja tietyssä massasuhteessa.

Pesuaine sisältää noin 0 - 10 paino-% vesiliukoista neutraalia epäorgaanista suolaa.

JP-patenttijulkaisussa 62-263 299 (Nagai et al., 25 16.11.1987) esitetään menetelmä rakeisen ionittoman pesuainekoostumuksen valmistamiseksi vaivaamalla ja sekoittamalla ensin 20 - 50 paino-% ionitonta pinta-aktiivista ainetta, jonka lämpötila on korkeintaan 40 °C, ja 50 - 80 % zeoliitin ja kevyen natriumkarbonaatin seosta määrätyssä suhteessa, mitä seuraa rakeistus. 30

US-patenttijulkaisussa 4 639 326 (Czempik et al., 27.1.1987) esitetään menetelmä ionitonta pinta-aktiivista ainetta sisältävän jauhemaisen pesuainekoostumuksen valmistamiseksi, jossa menetelmässä suihkutetaan lisää ionitonta pinta-aktiivista ainetta suihkukuivatulle perusjauheelle. 35

US-patenttijulkaisussa 3 838 072 (Smith et al., 24.9.1974) esitetään hiukkasmaisia pesuainekoostumuksia, jotka valmistetaan menetelmällä, jossa suihkutetaan liikkeessä olevien suihkukuivattujen perushiukkasten pinnoille
 5 noin 2 - 20 paino-% pesuainekoostumuksesta ionitonta yhdistettä pieninä pisaroina.

Seuraavissa patenttijulkaisuissa kuvataan menetelmiä ja/tai pinta-aktiivisia aineita sisältäviä koostumuksia, joissa käytetään viskositeetin muuntajia, kuten polyetyleeniglykolia ja etoksyloitua (E₂₀₋₆₀) C₆₋₁₂-alkyylifeno-
 10 lia.

US-patenttijulkaisussa 4 482 470 (Reuter et al., 13.11.1984) esitetään menetelmä anionisia pinta-aktiivisia aineita sisältävien vesipohjaisten konsentraattien viskositeetin alentamiseksi lisäämällä pieni määrä polyglykoli-
 15 eetteriryhmiä sisältävää yhdistettä ja siten valmistettuja vesipohjaisia konsentraatteja. Esimerkissä 5 kuvataan polyetyleeniglykolin (moolimassa 2 000) lisäämistä alkyylibentseenisulfonaattitahnaan, jossa aktiivisten aineosien
 20 osuus on 59 paino-%, viskositeetin muuttamiseksi. Anionista pinta-aktiivista ainetta sisältävän vesipohjaisen konsentraatin viskositeetti on korkeintaan 10 000 cP lämpötila-alueella 50 - 90 °C. Viskositeetin muuntajaa lisätään anioniseen pinta-aktiiviseen aineeseen noin 0,1 - 10
 25 paino-% konsentraatin määrästä. Viskositeetin muuntajina mainitaan polyetyleeniglykoli, jonka moolimassa on noin 600 - 6 000, ja etoksyloituu (E₂₀₋₆₀) C₆₋₁₂-alkyyli.

US-patenttijulkaisussa 4 495 092 (Schmid et al. (22.1.1985) esitetään C₈₋₄₀-alkoholien tai yhden tai useamman hydroksyyli-
 30 ryhmän ja 20 mol etyleenioksidia ja/tai propyleenioksidia sisältävien C₈₋₄₀-alkoholien lisäämistä vesipohjaisiin anionisiin teollisuudessa käytettäviin pinta-aktiivisiin aineisiin niiden juoksevuusominaisuuksien parantamiseksi merkittävästi. Alkoholeja lisätään ilmeisesti noin 1 - 15
 35 paino-% pinta-aktiivisen aineen määräs-

tä, jolloin pinta-aktiivista ainetta sisältävän konsentraatin viskositeetiksi tulee korkeintaan 10 000 mPas lämpötilassa 70 °C.

5 US-patenttijulkaisussa 4 532 076 (Schmid et al., 30.7.1985) esitetään vesipohjainen anionista pinta-aktiivista ainetta sisältävä konsentraatti, joka sisältää tiettyjä moolimassaltaan alhaisia orgaanisia yhdisteitä viskositeetinsäätäjinä, ja menetelmä hyvin jäykkäliikkeisten konsentraattien viskositeetin säätelämiseksi. Viskositeetinsäätäjä valitaan seuraavien yhdisteiden joukosta:

- (a) tietyt C₁₋₆-alkyyliimonokarboksyylit,
 - (b) tietyt C₁₋₆-alkyleenidikarboksyylit,
 - (c) nitrilotrietikkahappo ja sen suolat,
 - (d) tietyt eetterialkoholit,
 - 15 (e) niiden seokset.

US-patenttijulkaisussa 4 675 128 (Linde et al., 23.6.1987) esitetään tiettyjä alkalimetallialkaanisulfonaatteja, joita käytetään vesipohjaisten anionisia pinta-aktiivisia aineita sisältävien konsentraattien viskositeetin säätelijöinä. Näitä viskositeetinsäätäjiä käytetään ilmeisesti 0,5 - 10 paino-% pinta-aktiivisesta aineesta, niin että konsentraattien viskositeetti on korkeintaan 10 000 mPas lämpötilassa 40 °C.

25 US-patenttijulkaisussa 4 772 426 (Koch et al., 20.9.1987) esitetään esterisulfonaattia sisältävä neste-mäinen pinta-aktiivista ainetta sisältävä konsentraatti, joka sisältää

- (a) noin 50 - 70 % yhtä tai useampaa pinta-aktiivista ainetta, jona käytetään (i) C₁₆- ja/tai C₁₈-rasvahappojen ja alkyyli-ryhmässään 1 - 8 hiiliatomia sisältävien alkoholien α-sulfonoitujen rasvahappoalkyyliesterien alkalimetallisuoloja ja lineaarisia alifaattisia rasva-alkoholipolyglykolieettereitä, jotka sisältävät 10 - 20 hiiliatomia alkoholien alkyyli-ryhmässä ja 3 - 15 etoksyyliryhmää molekyyliä kohden, jolloin mainittujen pinta-aktiivisten komponenttien (i) ja (ii) suhde on 1:0,3 - 1:3,

(b) noin 10 - 30 paino-% yhtä tai useampaa tyydyt-
tynyttä ja/tai tyydyttymätöntä lineaarista alifaattista
C₈₋₂₂-karboksyylihappoa ja

(c) 0 - noin 10 paino-% vettä.

5 Missään edellä mainituista julkaisuista ei esitetä
tämän hakemuksen mukaista menetelmää erillisten, erittäin
aktiivisten pesuainehiukkasten valmistamiseksi erittäin
aktiivisesta tahnasta, joka valmistetaan saattamalla al-
kyylirikki- ja/tai alkyylisentseenisulfonihappo reagoimaan
10 väkevän emäksen kanssa jatkuvassa
neutralointijärjestelmässä, jossa lisätään polyetyleeniglykolia ja/tai tiettyjä etoksyloituja ionittomia pinta-
aktiivisia aineita määrättyssä suhteessa neutraloinnin ai-
kana.

15 Tämä keksintö koskee menetelmää erittäin aktiivis-
ten pesuainehiukkasten valmistamiseksi, joka käsittää seu-
raavat vaiheet:

(a) saatetaan C₁₂₋₁₈-alkyylirikkihappo tai C₁₀₋₁₆-al-
kyylisentseenisulfonihappo tai niiden seos reagoimaan jat-
20 kuvassa neutralointijärjestelmässä alkalimetallihydroksi-
din kanssa, joka sisältää korkeintaan noin 62 paino-% hyd-
roksidia, jolloin saadaan neutraloitu tuote, joka sisältää
korkeintaan noin 12 paino-% vettä;

(b) lisätään mainittuun jatkuvaan neutralointijär-
25 jestelmään mainitun neutraloidun tuotteen muodostamisen
aikana polyetyleeniglykolia, jonka moolimassa on noin
4 000 - 50 000; etoksyloitua ionitonta pinta-aktiivista
ainetta, jonka kaava on R(OC₂H₄)_nOH, jossa R on C₁₂₋₁₈-alkyy-
liryhmä tai C₈₋₁₆-alkyyllifenoliryhmä ja n on noin 9 - 80, ja
30 jonka sulamispiste on vähintään noin 48,9 °C tai niiden
seosta; jolloin vaiheessa (b) lisättävän lisäaineen massa-
suhde vaiheessa (a) saatavaan tuotteeseen on noin 1:5 -
1:20; ja

(c) muodostetaan pesuainehiukkasia.

35 Tämä keksintö koskee menetelmää lujien, erittäin
aktiivisten pesuainehiukkasten valmistamiseksi. Termillä

"erittäin aktiivinen" tarkoitetaan, että aktiivisen aineosan osuus on suurempi kuin noin 50 %. Tämän menetelmän vaiheet ovat seuraavat.

I. Hapon ja emäksen lisääminen

5 Tämän menetelmän ensimmäinen vaihe on C₁₂₋₁₈-alkyyli-
rikkihapon tai C₁₀₋₁₆-alkyylibentseenisulfonihapon tai niiden seoksen neutralointi jatkuvassa neutralointijärjestelmässä alkalimetallihydroksidiliuoksella, joka sisältää vähintään noin 62 paino-% hydroksidia, jolloin saadaan neutraaloitu tuote, joka sisältää korkeintaan noin 12 paino-%
10 vettä.

C₁₂₋₁₈-alkyyli-rikkihappo ja C₁₀₋₁₆-alkyylibentseenisulfonihappo voidaan valmistaa millä tahansa sulfatointi/sulfonointimenetelmällä, mutta on edullista tehdä sulfonointi SO₃:lla ilmassa kalvoreaktorissa. Katso A.S. Davidson & B. Milwidsky, Synthetic Detergents, 7. p., John Wiley & Sons, Inc. 1987, s. 151 - 168.
15

C₁₂₋₁₈-alkyyli-rikkihappo ja sen seokset lineaarisen C₁₀₋₁₆-alkyylibentseenisulfonihapon kanssa ovat edullisia käytettäväksi tässä yhteydessä. Näiden kahden seokset ovat edullisimpia, koska seoksesta valmistetusta tahnasta muodostetut pesuainehiukkaset dispergoituvat paremmin. Nämä kaksi happoa voidaan lisätä erillisinä virtoina jatkuvaan neutralointijärjestelmään tai sekoittaa ennen lisäämistä.
20 Vaihtoehtoisesti voidaan kummastakin erillisestä haposta valmistetut tahnat sekoittaa neutraloinnin jälkeen.

Tämän menetelmän yhteydessä on edullista, että natrium-C₁₂₋₁₈-alkyyli-sulfaatin ja lineaarisen natrium-C₁₀₋₁₆-alkyylibentseenisulfonaatin lopullinen suhde on 75:25 - 96:4, edullisesti 80:20 - 95:5.
30

Natrium-C₁₄₋₁₅-alkyyli-sulfaatin ja lineaarisen natrium-C₁₂₋₁₃-alkyylibentseenisulfonaatin seos suhteessa 88:12 on edullisin, koska neutraaloitu tahna ei ole hyväksyttävissä olevaa tahmeampaa ja samalla tahnasta muodostetut hiukkaset ovat dispergoitavissa veteen, jonka lämpötila on
35

15,5 °C. Noin 100-%:isesta (epäpuhtaudet mukaan luettuina) alkyyliirikkihaposta valmistettu tahna ei sen sijaan ole kovin hyvin dispergoitavissa viileään (15,5 °C) veteen huolimatta toivottavasta konsistenssistaan. Pelkästä alkyylibentseenisulfonihaposta valmistettu tahna on pehmeää ja tahmeaa, ja siitä on siksi vaikea muodostaa tarttumattomia, erillistä pinta-aktiivista ainetta sisältäviä hiukkasia.

10 C_{14-16} -alkyyliirikkihappo on edullisempi kuin C_{12-18} -alkyyliirikkihappo käytettäväksi tämän menetelmän vaiheessa (a). C_{14-15} -alkyyliirikkihappo on edullisin.

15 Lineaarinen C_{11-14} -alkyylibentseenisulfonihappo on edullisempi kuin C_{10-16} -alkyylibentseenisulfonihappo. Lineaarinen C_{12-13} -alkyylibentseenisulfonihappo on edullisin tässä yhteydessä käytettäväksi.

20 Alkalimetallihydroksidi, jota käytetään vaiheessa (a) alkyyliirikkihapon ja/tai alkyylibentseenisulfonihapon neutralointiin, sisältää vähintään noin 62 paino-%, edullisesti vähintään noin 68 paino-% hydroksidia. Tämä hyvin väkevä emäsluos sulaa korkeassa lämpötilassa, joten emäksensyöttöjärjestelmä tulee pitää huolellisesti tarvittavassa lämpötilassa "kylmien pisteiden" välttämiseksi. "Kylmä piste" on mikä tahansa piste syöttöjärjestelmässä, pumpuissa, annostelujärjestelmissä, putkissa tai venttiileissä, jossa järjestelmän lämpötila on laskenut emäksen sulamispisteen alapuolelle (esimerkiksi 68,3 °C 70-%:isellä emäsliuoksella). Tällainen "kylmä piste" voi aiheuttaa emäksen kiteytymisen ja syöttöjärjestelmän tukkeutumisen. "Kylmät pisteet" vältetään tyypillisesti kuumavesivaipoil-
30 la, sähköisellä seurannalla ja sähköllä kuumennettavilla koteloilla.

Natriumhydroksidiliuos, jonka kiintoainepitoisuus on edullisesti 70 %, on edullinen alkalimetallihydroksidi.

35 Hapon ja emäksen muodostama neutraloitu tuote on sulan tahnan muodossa. Kun käytetään emäsluosta, joka

sisältää noin 62 % aktiivista ainetta, sula tahna sisältää tavallisesti noin 12 paino-% vettä. Kun käytetään 70-%:ista emäsluosta, sula tahna sisältää tavallisesti noin 8 - 10 paino-% vettä. Edullisimmin alkalimetallihydroksidiliuos sisältää noin 70 % hydroksidia ja sulan tahnan vesipitoisuus on 8 - 10 paino-%.

Alkalimetallihydroksidia on edullisesti läsnä hie-
man ylimäärin hapon neutraloimiseen tarvittavaan stoikiometriseen määrään nähden. Jos alkalisuusreservi (ylimääräinen emäs) ylittää neutralointijärjestelmässä suunnit-
leen arvon 1,5 % M_2O :ta (jossa M on metalli), tahna on vaikeaa kierrättää jatkuvan neutralointijärjestelmän läpi korkean viskositeettinsa vuoksi. Jos emäsylimäärä laskee suunnitteen arvon 0,1 % alapuolelle, alkyyli-
tahna ei ehkä ole pitkäaikaisesti stabiili hydrolyysin vuoksi. Siksi on edullista, että emäsylimäärä, joka voidaan mitata titraamalla hapolla, on neutralointijärjestelmässä olevassa su-
lassa tahnassa noin 0,1 - 1,5 %, edullisemmin noin 0,2 - 1,0 % ja edullisimmin noin 0,3 - 0,7 %.

Happo ja emäs lisätään jatkuvaan neutralointijärjestelmään erikseen, edullisesti suurilla leikkausvoimilla toimivaan sekoittimeen, niin että ne sekoittuvat yhteen mahdollisimman nopeasti.

Jatkuvan neutralointikierron ollessa kyseessä aineosat tulevat yleensä järjestelmään pumpun (tyypillisesti keskipakopumpun) kautta, joka kierrättää materiaalia kierrossa olevan lämmönvaihtimen kautta, ja takaisin pumppuun, johon uudet materiaalit syötetään. Järjestelmässä oleva materiaali kiertää jatkuvasti ja siitä poistuu yhtä paljon tuotetta kuin siihen syötetään materiaalia. Tuote poistuu säätöventtiilin kautta, joka on tavallisesti pumpun jäljessä. Jatkuvan neutralointikierron kierrätysuhde on noin 1:1 - 50:1. Neutralointireaktion yhteydessä vallitsevaa lämpötilaa voidaan säätää tietyssä määrin säätelämällä lämmönvaihtimessa tapahtuvan jäähtymisen määrää. "Läpi

kulkevan aineen määrää" voidaan säätää vaihtelemalla syötettävän hapon ja emäksen määrää.

Jatkuvaa neutralointikiertoa tulisi muuntaa seuraavasti tämän menetelmän toteuttamiseksi.

5 (1) eristetään kierto;

(2) vaihdetaan keskipakopumppu syrjäytyspumppuksi, joka pystyy paremmin käsittelemään hyvin jäykkäliikkeistä materiaalia;

10 (3) asennetaan emäksensyöttöjärjestelmä, jolla voidaan käsitellä väkevää emäsluosta (enemmän kuin noin 50 % kiintoainetta);

(4) syötetään materiaalit linjaan asennetun voimakkaasti leikkaavan sekoittimen kautta;

15 (5) asennetaan annostelujärjestelmä polyetyleeniglykolia ja/tai etoksyloitua ionitonta pinta-aktiivista ainetta varten, edullisesti voimakkaasti leikkaavan sekoittimen jälkeen kiertosuunnassa; ja

20 (6) sijoitetaan tulevan happo- ja emäsvirrat voimakkaasti leikkaavassa sekoittimessa siten, että tapahtuu mahdollisimman tehokas sekoittuminen.

(7) Kierrossa vallitsevan lämpötilan tulisi olla riittävän korkea tahnan mahdollisimman alhaisen viskositeetin ylläpitämiseksi, jotta taataan riittävä kierrätys ja sekoitus. Kierrossa olevan tahnan tyypillisiä lämpötiloja ovat noin 82,2 - 110 °C, edullisesti noin 93,3 - 98,9 °C.

II. Polyetyleeniglykolin ja/tai etoksyloidun ionittoman pinta-aktiivisen aineen lisääminen

30 Tämän menetelmän toinen vaihe on polyetyleeniglykolin, jonka moolimassa on noin 4 000 - 50 000, ja/tai etoksyloidun ionittoman pinta-aktiivisen aineen, jonka kaava on $R(OC_2H_4)_nOH$, jossa R on C_{12-18} -alkyyli-ryhmä tai C_{8-16} -alkyyli-ryhmä ja n on noin 9 - 80 ja jonka sulamispiste on vähintään noin 48,9 °C, lisääminen jatkuvaan neutralointijärjestelmään neutraloidun tuotteen muodostuksen aikana.

35

Vaiheessa (b) lisättävän aineen massasuhde vaiheen (a) seokseen on noin 1:5 - 1:20.

Polyetyleeniglykoli ja/tai etoksyloitu ioniton pinta-aktiivinen aine voidaan lisätä erikseen tai seoksena jatkuvan neutralointivaiheen mihin tahansa kohtaan. Neutralointikierron ollessa kyseessä tämä/nämä lisäaine(et) tulevat kiertoon voimakkaasti leikkaavan sekoittimen jälkeen ja ennen kierrätyspumpua. Lisäaineet tulee sulattaa ennen lisäämistä neutralointijärjestelmään, niin että ne voidaan annostella joukkoon.

Nämä kaksi lisäainetta valitaan siksi, että ne edistävät pesuaineen toimintakykyä ja ovat kiinteitä lämpötilassa, joka on alempi kuin noin 48,9 °C, niin että neutraloidusta tahnasta voidaan valmistaa pesuainehiukkanen, joka on luja huoneen lämpötilassa. Kumpikin lisäaine toimii myös valmistusapuaineena ja alentaa erittäin aktiivisen tahnan viskositeettia neutralointikierrrossa.

Polyetyleeniglykoli, jonka moolimassa on noin 4 000 - 50 000, on edullisempi kuin etoksyloidut ionittomat pinta-aktiiviset aineet. Polyetyleeniglykoli, jonka moolimassa on noin 7 000 - 12 000 on edullisempi, ja kaikkein edullisin on polyetyleeniglykoli, jonka moolimassa on 8 000 ("PEG 8000"). Tämän keksinnön yhteydessä polyetyleeniglykolin ja vaiheessa (a) muodostetun hapon ja emäksen seoksen edullinen massasuhde on noin 1:8 - 1:12. Kun kyseessä on polyetyleeniglykoli, jonka moolimassa on 8 000, on edullinen massasuhde yksi osa PEG 8000:a kymmentä osaa kohden hapon ja emäksen seosta.

Polyetyleeniglykoli muodostetaan polymeroimalla etyleeniglykolia etyleenioksidin kanssa, jota käytetään riittävä määrä, jotta saadaan yhdiste, jonka moolimassa on noin 4 000 - 50 000. Sitä myy Union Carbide (Danbury, CT).

Edullisella etoksyloidulla ionittomalla pinta-aktiivisella aineella on kaava $R(OC_2H_4)_nOH$, jossa R on C_{12-18} -alkyyli-ryhmä ja n on noin 12 - 30. Edullisin on taliialko-

holi, joka on etoksyloitu 18 moolilla etyleenioksidia moolia kohden alkoholia ("TAE 18"). Etoksyloidun ionittoman pinta-aktiivisen aineen sulamispiste on edullisesti korkeampi kuin noin 60 °C.

5 Esimerkkejä muista tässä yhteydessä käyttökelpoisista etoksyloiduista ionittomista pinta-aktiivisista aineista ovat kohdensaatiotuotteet, joissa on 1 mol dekyylifenolia ja 9 mol etyleenioksidia, 1 mol dodekyylifenolia ja 16 mol etyleenioksidia, 1 mol tetradekyyllifenolia ja 10 20 mol etyleenioksidia ja 1 mol heksadekyylifenolia ja 30 mol etyleenioksidia.

III. Hiukkasten muodostaminen

Tämän menetelmän kolmas ja viimeinen vaihe on pesuainehiukkasten muodostaminen vaiheen (b) tuotteesta. Pesuainehiukkasia voidaan muodostaa erilaisin tavoin jatkuvasta neutralointijärjestelmästä tulevasta tuotteesta. Pesuainehiukkasten toivottava kokojakautuma-alue on noin 100 - 15 200 µm, edullisesti noin 150 - 600 µm, ja keskimääräinen hiukkaskoko on 300 µm.

20 Jatkuvasta neutralointikierrosta tuleva sula tahna voidaan sumuttaa pieniksi pisaroiksi rakeistus(jäähdytys-)tornissa. Rakeistuksen välttämiseksi kokonaan sula tahna voidaan samanaikaisesti jäädyttää ja suulakepuristaa ja leikata tai jauhaa haluttuun hiukkaskokoon.

25 Kolmas ja edullinen vaihtoehto on sulan tahnan antaminen jäähtyä jäähdytystelalla tai missä tahansa lämmönsiirtoyksikössä, kunnes se muuttuu konsistenssiltaan taikinamaiseksi, jossa vaiheessa pesuaineen muut aineosat voidaan vaivata joukkoon. Tuloksena oleva taikina voidaan 30 sitten rakeistaa voimakkaasti leikkaavassa sekoittimessa käyttämällä hienojakoista jauhetta, jonka keskimääräinen hiukkasläpimitta on pienempi kuin noin 200 µm, tai se voidaan rakeistaa mekaanisin keinoin.

35 Neljäs ja edullisin vaihtoehto on sulan tahnan jäädyttäminen kokonaan jäähdytystela- tai jäähdytyshihna-

yksikössä, kunnes se on kiinteää. Ohut kovettunut kerros kiinteytynyttä tuotetta voidaan sitten kaapia irti jäädytystelalta tai -hihnalta ja rikkoa hiutaleiksi.

5 Tuloksena olevia pesuainehiukkasia voidaan käyttää sellaisinaan, mutta ne sekoitetaan edullisesti pesuainekoostumukseen. Keksinnön mukaisia pesuainehiukkasia voidaan esimerkiksi sekoittaa suihkukuivattuihin lineaarisiin alkyylibentseenisulfonaattihiukkasiin (yhdessä builderin kanssa tai ilman sitä), jolloin saadaan rakeinen tehokkaasti puhdistava pesuainetuote.

Sopivat täydelliset pesuainekoostumukset sisältävät noin 5 - 95 paino-% erittäin aktiivisia pesuainehiukkasia, noin 0 - 95 paino-% muuta pesevää pinta-aktiivista ainetta, noin 0 - 85 paino-% pesutehoa parantavaa builderiä, 15 0 - noin 50 paino-% kangasta hoitavaa ainetta ja 0 - noin 20 paino-% perkarboksyylihappovalkaisuaineita.

Muu pesevä pinta-aktiivinen aine, johon juuri edellä viitattiin, on anioninen, kationinen, ioniton, amfoteerinen tai kahtaisioninen pinta-aktiivinen aine tai niiden seos. Esimerkkejä näitä tyyppisiä olevista pinta-aktiivisista aineista esitetään US-patenttijulkaisussa 3 579 454 (Collier, 18.5.1971) palstan 11 riviltä 45 palstan 13 riville 64, joka mainitaan tässä viitteenä. Pinta-aktiivisia aineita käsitellään laajasti US-patenttijulkaisussa 25 3 936 537, joka mainitaan tässä viitteenä, erityisesti palstan 11 riviltä 39 palstan 13 riville 52. Anioniset synteettiset pinta-aktiiviset aineet ovat erityisen edullisia.

Tällaisiin täydellisiin pesuainekoostumuksiin voidaan sisällyttää myös kationisia pinta-aktiivisia aineita. Kationiset pinta-aktiiviset aineet käsittävät monia erilaisia yhdisteitä, joille on tunnusmerkillistä yhden tai useamman orgaanisen hydrofobisen ryhmän läsnäolo kationissa ja yleensä happoryhmään liittyvä kvaternaarinen typpi- 35 atomi. Myös pentavalenttiset rengasmaiset typpiyhdisteet

katsotaan kvaternaarisiksi typpiyhdisteiksi. Sopivia anio-
neja ovat halogenidit, metyyli-sulfaatti ja hydroksidi.

Tertiaarisilla amiineilla voi olla samankaltaisia ominai-
suuksia kuin kationisilla pinta-aktiivisilla aineilla

5 pesuliuoksen pH-arvon ollessa alempi kuin noin 8,5. Näitä
ja muita tässä yhteydessä käyttökelpoisia kationisia pin-
ta-aktiivisiä aineita esitetään täydellisemmin US-patent-
tijulkaisussa 4 228 044 (Cambre, 14.10.1980), joka maini-
taan tässä viitteenä.

10 Muihin mahdollisiin aineosiin, joita voidaan sisäl-
lyttää tässä kuvattuihin täydellisiin pesuainekoostumuk-
siin, kuuluvat pesutehoa parantavat builderit, kelaatin-
muodostajat, valkaisuaineet, haalistumista ja korroosiota
estävät aineet, hajuste- ja värilisäaineet ja muut mahdol-
15 liset aineosat, joita luetellaan US-patenttijulkaisussa
3 936 537 (Baskerville) palstan 19 riviltä 53 palstan 21
riville 21, joka mainitaan tässä viitteenä. Kelatiinmuo-
dostajia kuvataan myös US-patenttijulkaisussa 4 663 071
(Bush et al.) palstan 17 riviltä 54 palstan 18 riville 68,
20 joka mainitaan tässä viitteenä. Vaahtoamista säätelevät
aineet ovat myös mahdollisia aineosia, ja niitä kuvataan
US-patenttijulkaisuissa 3 933 672 (Bartoletta et al.,
20.1.1976) ja 4 136 045 (Gault et al., 23.1.1979), jotka
molemmat mainitaan tässä viitteinä. Pesutehoa parantavia
25 buildereitä luetellaan Baskerville patenttijulkaisun pal-
stan 13 riviltä 54 palstan 16 riville 16 ja US-patenttijul-
kaisussa 4 663 071 (Bush et al., 5.5.1987), joka mainitaan
tässä viitteenä. Tällaisiin buildereihin kuuluvat esimer-
kiksi fosfaatit, alumiinisilikaatit, silikaatit, karbonaa-
30 tit, C₁₀₋₁₈-alkyyli-monokarboksylaatit, polykarboksylaatit ja
polyfosfonaatit sekä niiden seokset.

Tällaisiin täydellisiin pesuainekoostumuksiin si-
sällytetään mahdollisesti kankaanhoitoaineita. Niihin kuu-
luvut tunnetut kankaanpehmenysaineet ja antistaattiset
35 aineet, kuten aineet, joita kuvataan US-patenttijulkaisus-

sa 4 762 645 (Tucker et al., 9.8.1988), joka mainitaan tässä viitteenä. Siinä kuvattuja smektiittisavia voidaan myös sisällyttää täydellisiin pesuainekoostumuksiin.

Joukkoon voidaan sisällyttää myös perkarboksyyli-
 5 happovalkaisuaineita tai valkaisukoostumuksia, jotka sisältävät perhappivalkaisuaineita, joilla on kyky muodostaa vetyperoksidia vesiliuoksessa, ja valkaisuaktivaattoreita ja joissa koostumuksissa vetyperoksidin ja valkaisuaktivaattorin moolisuhde on määrätty. Näitä valkaisuaineita
 10 kuvataan täydellisesti US-patenttijulkaisussa 4 412 934 (Chung et al., 1.11.1983) ja US-patenttijulkaisussa 4 483 781 (Hartman, 20.11.1984), jotka molemmat mainitaan tässä viitteinä.

Seuraavat keksintöä rajoittamattomat esimerkit valaisevat tämän keksinnön mukaista menetelmää ja sen mukaisia pesuainehiukkasia. Kaikki osuudet, prosenttisuudet ja suhteet on laskettu painon mukaan, ellei toisin mainita.

Esimerkki 1

Erittäin aktiivinen pesuainemateriaali, joka soveltuu rakeistettavaksi vapaasti valuvaksi hiukkasmaiseksi tuotteeksi, valmistetaan seuraavasti.

Laitteisto

C_{14-15} -alkyyli-sulfaatin happomuodon valmistukseen käytetään kalvo- SO_3 -reaktoria. Happo syötetään erittäin
 25 aktiivisen materiaalin neutralointijärjestelmään, jonka on toimittanut Chemithon Corporation, Seattle, Washington. Tämä mittatilaustyönä tehty neutralointijärjestelmä koostuu kierrätysilmukasta, joka sisältää jäähdytykseen tar-
 30 koitetun lämmönvaihtimen, hyvin jäykkäliikkeisille juokseville aineille soveltuvan kierrätyspumpun ja voimakkaasti leikkaavan sekoittimen, jonka avulla reagoivat aineet syötetään.

Jotta saavutettaisiin hyvin alhainen kosteuspitoisuus, joka on välttämätön vapaasti valuvien, runsaasti
 35 aktiivista aineosaa sisältävien hiukkasten aikaansaamiseksi.

si, neutralointikiertoa muunnetaan siten, että sillä voidaan käsitellä 70-%:sta natriumhydroksidia tavanomaisesti käytetyn 38 - 50-%:isen seoksen sijasta. Tämä muunnos koostuu kuumavesivaipoista ja emäksensyöttöjärjestelmän sähkölämmityksestä 70-%:isen emäsluoksen pitämiseksi sulamispisteen, noin 68,3 °C, yläpuolella.

Eräs toinen välttämätön muunnos on annostelujärjestelmän lisääminen, joka ruiskuttaa polyetyleeniglykolia neutralointikiertoon voimakkaasti leikkaavan sekoittimen menopuolelle. Polyetyleeniglykolin läsnäolo helpottaa tahnan pumppaamista kierrossa ja vähentää valmiin materiaalin tahmeutta. Polyetyleeniglykoli, jonka moolimassa on noin 8 000, lisätään sulatteena (noin 71,1 °C), ja polyetyleeniglykoli 8000:a käytetään noin 1 osa 10 osaa kohden aktiivista aineosaa, natrium-C₁₄₋₁₅-alkyyli-sulfaattia.

Toiminta

Käynnistyksen yhteydessä neutralointikierto täytetään vedellä ja järjestelmä pidetään lämpötilassa 82,2 - 110 °C käyttämällä kuumaa vettä lämmönvaihtimessa ja kierroksen muodostavassa kaksoisseinäisessä putkessa. Kierrätyspumppu ja voimakkaasti leikkaava sekoitin käynnistetään.

70-%:inen natriumhydroksidi ja C₁₄₋₁₅-alkyyli-rikkihappo syötetään voimakkaasti leikkaavaan sekoittimeen ja niiden annetaan reagoida. Natriumhydroksidi ja C₁₄₋₁₅-alkyyli-rikkihappo annostellaan siten, että natriumhydroksidia tulee pieni ylimäärä. Kierrosta syrjäytettävä materiaali poistetaan takaiskuventtiilin kautta.

Toiminnan jatkuessa vesi tulee syrjäytetyksi kierrosta ja natrium-C₁₄₋₁₅-alkyyli-sulfaattipitoisuus kasvaa siten, että aktiivista aineosaa on yli 70 %. Toimintaa jatketaan, kunnes saadaan haluttu määrä runsaasti aktiivista aineosaa ja vähän kosteutta sisältävää materiaalia. Sitten reagoivien aineiden syöttö pysäytetään ja reaktio-kierto pestään kuumalla vedellä.

Tulokset

Sulatettu tahna jäädytetään ja jauhetaan käsin vapaasti valuvaksi hiukkasmaiseksi tuotteeksi, joka koostumus on seuraava:

5	Natrium-C ₁₄₋₁₅ -alkyyli-sulfaattia	74,9 %
	Polyetyleeniglykoli 8000:a	8,5 %
	Vettä	9,1 %
	Natriumhydroksidia	0,6 %
	Reagoimattomia/sekalaisia aineosia	6,9 %

10 **Esimerkki II**

Polyetyleeniglykolia, jonka moolimassa on noin 8 000, lisätään natrium-C₁₄₋₁₅-alkyyli-sulfaattiin sen tahmeuden vähentämiseksi ja sen tekemiseksi sopivaksi rakeistettavaksi vapaasti valuviksi hiukkasiksi, joiden tahmeus on vähäinen. Tutkittava näyte valmistetaan sisällyttämällä polyetyleeniglykoli 8 000:a natrium-C₁₄₋₁₅-alkyyli-sulfaattitahnaan (valmistettu esimerkin I mukaisesti), joka sisältää noin 65 % vettä, sekoittamalla ja kuivaamalla tuote sitten höyryllä kuumennettavalla telakuivaimella kosteuspitoisuuteen alle 10 %. Polyetyleeniglykoli 8 000:a lisätään 1 osa 10 osaan aktiivista natrium-C₁₄₋₁₅-alkyyli-sulfaattia. Vertailunäyte, joka ei sisällä polyetyleeniglykolia, valmistetaan samalla tavalla. Materiaali putoaa telakuivaimelta kuivattuina hiutaleina, jotka jauhetaan käsin ja seulotaan 14 tai 65 meshin seulan läpi.

Tahmeus mitataan puristamalla raesylinteriä, jonka läpimitta ja pituus ovat 6,4 cm, 1 min 9,1 kg:n painolla. Raesylinteri saatetaan sortumaan voimamittarilla. Tarvittava voima, jota kutsutaan "kakun laaduksi", mitataan ja rekisteröidään tahmeuden mittana.

	<u>Koostumus A</u>	<u>Koostumus B</u>
Natrium-C ₁₄₋₁₅ -alkyyli-sulfaattia	67	80
Polyetyleeniglykoli 8000:a	7	0
35 Vettä	7	6
Reagoimatonta natriumhydroksidia ja sekalaisia aineosia	loppuosa	loppuosa

Kakun laatu (kp)

		Lämpötila	
		26,6 °C	60 °C
5	Koostumus A	0,6	0,9
	Koostumus B	12,4	22,2

Nämä tulokset osoittavat, että polyetyleeniglykoli 8000:n lisääminen johtaa merkittävästi alempaan kakun laatuun, mikä osoittaa, että se vähentää pesuainehiukkasten tahmeutta.

Esimerkki III

Polyetyleeniglykolia, jonka moolimassa on noin 8 000, lisätään natrium-C₁₄₋₁₅-alkyyli-sulfaattitahmaan (valmistettu esimerkin I mukaisesti) muuten samalla tavalla kuin esimerkissä II, mutta polyetyleeniglykoli 8 000:a lisätään 3 osaa 10 osaa kohden aktiivista natrium-C₁₄₋₁₅-alkyyli-sulfaattia. Näytteet kuivataan telakuivaimella ja jauhetaan esimerkissä II kuvatulla tavalla. Näytteiden kakunmuodostus testataan esimerkissä II kuvatulla tavalla, jolloin saadaan seuraavat tulokset:

Kakun laatu (kp)

		26,6 °C	60 °C
25	Koostumus, joka sisältää suhteessa 3:10 polyetyleeniglykolia ja natrium-C ₁₄₋₁₅ -alkyyli-sulfaattia	1,1	2,2
30	Vertailunäyte, joka ei sisällä polyetyleeniglykoli 8000:a	12,4	22,2

Nämä tulokset osoittavat, että polyetyleeniglykoli 8 000:n lisääminen johtaa merkittävästi alhaisempaan kakun laatuun, mikä osoittaa että se vähentää pesuainehiukkasten tahmeutta. Polyetyleeniglykolin ja alkyyli-sulfaatin suhde

3:10 ei ole merkittävästi parempi kakun laadun alentamisen kannalta kuin esimerkin II mukainen suhde 1:10.

Esimerkki IV

Tässä esimerkissä käytetään SO₃-kalvoreaktoria lineaarisen C_{12,3}-alkyylibentseenisulfonaatin happomuodon valmistamiseen. Happo syötetään esimerkissä I kuvattuun muunnettuun neutralointikiertoon neutraloitavaksi 70-%:isella emäksellä. PEG 8000 lisätään neutralointikiertoon esimerkissä I kuvatulla tavalla. Saadaan konsentroitua lineaarista natrium-C_{12,3}-alkyylibentseenisulfonaattia. Tahna sisältää 77,5 % aktiivista aineosaa, 8 % PEG 8000:a ja 9 % vettä loppuosan ollessa ylimääräistä emästä, reagoimatonta materiaalia ja sekalaisia aineosia.

Polyetyleeniglykolia sisältävä jäähdytetty lineaarinen natrium-C_{12,3}-alkyylibentseenisulfonaatti on luonteeltaan kiinteää, mutta tahmeampaa kuin esimerkeissä I ja II valmistettu polyetyleeniglykolia sisältävä natrium-C₁₄₋₁₅-alkyyლისulfaatti.

Esimerkki V

Tässä esimerkissä sekoitetaan esimerkissä I kuvatulla tavalla valmistettua natrium-C₁₄₋₁₅-alkyyლისulfaattia esimerkissä IV valmistettuun erittäin aktiiviseen lineaariseen natrium-C_{12,3}-alkyylibentseenisulfonaattiin vaihtelevissa suhteissa seosten dispergoitavuuden tutkimiseksi. Kaikki näytteet sisältävät polyetyleeniglykoli 8 000:a suhteessa 1:10 alkyylisulfaattiin tai alkyylibentseenisulfonaattiin nähden. Perinpohjaisen sekoittumisen takaamiseksi ja näiden kahden pinta-aktiivisen aineen rinnakkaisneutraloinnin simuloimiseksi eri suhteissa tehtävät seokset valmistetaan sekoittamalla aineosia Sigma-laboratorio-sekoittimessa 2 tuntia suunnilleen lämpötilassa 87,8 °C.

Seosten annetaan jäähtyä ja niistä muodostetaan rakeita pakottamalla ne 14 meshin seulan läpi. Kunkin näytteen dispergoitavuus testataan sekoittamalla näytettä 10 minuuttia vedessä, jonka lämpötila on 15,5 °C. Pesuvesi

suodatetaan sitten mustan kangassuodattimen läpi liukene-
mattoman pinta-aktiivisen aineen määrän määrittämiseksi.

Kankaalla olevat kerrostumat arvostellaan asteikol-
la 1 - 10; arvosana on 10, jos näkyvää kerrostumaa ei ole
havaittavissa.

	<u>Suhde</u>	<u>Mustan kankaan arvosana</u>
	Alkyyulisulfaatti:alkyyli- bentseenisulfonaatti	
	100/0	5,5
10	94/6	9,0
	88/12	9,5
	75/25	10
	50/50	10
	25/75	10
15	0/100	10

Kuten tulokset osoittavat, pieni määrä lineaarista
alkyylibentseenisulfonaattia parantaa suuresti pesuaine-
hiukkasten dispergoitavuutta. Kun lineaarisen alkyylibent-
seenisulfonaatin pitoisuus kasvaa, hiukkasten pehmeys ja
tahmeus lisääntyvät. Lineaarisen alkyylibentseenisulfonaat-
tin pitoisuuden ollessa korkea hiukkaset soveltuvat huo-
nommin käytettäviksi pesuainehiukkasina tahmeutensa vuok-
si. Näiden tulosten mukaan paras kompromissi vähäisen tah-
meuden ja hyvän dispergoitavuuden välillä on alkyylisul-
faatin ja alkyylibentseenisulfonaatin suhde noin 88:12.

Patenttivaatimukset

1. Menetelmä erittäin aktiivisten pesuainehiukkasten valmistamiseksi, t u n n e t t u siitä, että se käsittää seuraavat vaiheet:

(a) saatetaan C_{12-18} -alkyyilirikkihappo tai lineaarinen C_{10-16} -, edullisesti C_{11-14} -alkyylibentseenisulfonihappo tai niiden seoksia reagoimaan jatkuvassa neutralointijärjestelmässä alkalimetallihydroksidiliuoksen, edullisesti natriumhydroksidin kanssa, joka sisältää vähintään 62 paino-%, edullisesti 70 paino-% hydroksidia, jolloin saadaan neutraloitu tuote, joka sisältää korkeintaan 12 paino-%, edullisesti 8 - 12 paino-% vettä;

(b) lisätään jatkuvaan neutralointijärjestelmään neutraloidun tuotteen muodostamisen aikana polyetyleeniglykolia, jonka moolimassa on 4 000 - 50 000; etoksyloitua ionitonta pinta-aktiivista ainetta, jonka kaava on $R(OC_2H_4)_nOH$, jossa R on C_{12-18} -alkyyli-ryhmä tai C_{8-16} -alkyyli-fenoliryhmä ja n on 9 - 80, ja jonka sulamispiste on vähintään 48,9 °C; tai niiden seoksia; jolloin vaiheessa (b) lisättävän lisäaineen painosuhte vaiheessa (a) saatavaan tuotteeseen on 1:5 - 1:20, edullisesti 1:10; ja

(c) muodostetaan pesuainehiukkasia.

2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä erittäin aktiivisten pesuainehiukkasten valmistamiseksi, t u n n e t t u siitä, että vaiheessa (a) saatetaan C_{12-18} -alkyyilirikkihappo tai C_{12-18} -alkyyilirikkihapon ja lineaarisen C_{10-16} -alkyylibentseenisulfonihapon seos reagoimaan alkalimetallihydroksidiliuoksen kanssa, edullisesti siten, että reagoimaan saatettavassa seoksessa C_{12-18} -, edullisesti C_{14-16} -alkyyilirikkihapon painosuhte lineaariseen C_{10-16} -, edullisesti C_{11-14} -alkyylibentseenisulfonihappoon on 75:25 - 96:4, edullisesti 80:20 - 95:5.

3. Patenttivaatimuksen 1 tai 2 mukainen menetelmä erittäin aktiivisten pesuainehiukkasten valmistamiseksi,

t u n n e t t u siitä, että vaiheessa (a) saatetaan C_{14-16} -alkyyliirikkihappo reagoimaan alkalimetallihydroksidiliuoksen kanssa.

5 4. Patenttivaatimuksen 1, 2 tai 3 mukainen menetelmä erittäin aktiivisten pesuainehiukkasten valmistamiseksi, t u n n e t t u siitä, että neutraloidun tuotteen vara-alkalisuus on 0,2 - 1,0 %, edullisesti 0,3 - 0,5 % Na_2O :a.

10 5. Patenttivaatimuksen 1, 2, 3 tai 4 mukainen menetelmä erittäin aktiivisten pesuainehiukkasten valmistamiseksi, t u n n e t t u siitä, että jatkuva neutralointijärjestelmä on jatkuva neutralointikierto, joka on edullisesti eristetty ja käsittää edullisesti voimakkaasti leikkaavan sekoittimen, syrjäytyspumpun ja emäksensyöttöjärjestelmän emästä varten, joka sisältää vähintään 62, edullisesti 70 paino-% hydroksidia, ja siitä, että tulevat happo- ja emäsvirrat syötetään edullisesti voimakkaasti leikkaavaan sekoittimeen ja vaiheen (b) lisäaineet annostellaan kiertoon voimakkaasti leikkaavan sekoittimen jälkeen ja ennen syrjäytyspumpua.

15 20

6. Patenttivaatimuksen 1, 2, 3, 4 tai 5 mukainen menetelmä erittäin aktiivisten pesuainehiukkasten valmistamiseksi, t u n n e t t u siitä, että vaiheen (b) lisäaine on polyetyleeniglykoli, jonka moolimassa on 6 000 - 25 50 000, edullisesti 7 000 - 12 000.

7. Patenttivaatimuksen 1, 2, 3, 4, 5 tai 6 mukainen menetelmä erittäin aktiivisten pesuainehiukkasten valmistamiseksi, t u n n e t t u siitä, että R on C_{12-18} -alkyyliiryhmä ja n on 12 - 30.

30 8. Patenttivaatimuksen 1, 2, 3, 4, 5, 6 tai 7 mukainen menetelmä erittäin aktiivisten pesuainehiukkasten valmistamiseksi, t u n n e t t u siitä, että vaiheessa (c) jäähdytetään vaiheessa (b) saatua tuotetta telajähdyttimellä, kunnes se on jähmettynyt ja kaavitaan jähmettynyt tuote telajähdyttimeltä, jolloin saadaan pesuainehiutaleita.

35

Patentkrav

1. Förfarande för framställning av högaktiva tvättmedelspartiklar, k ä n n e t e c k n a t därav, att det
5 omfattar följande steg:

(a) C_{12-18} -alkylsvavelsyra eller lineär C_{10-16} -, företrädesvis C_{11-14} -alkylbensensulfonsyra eller blandningar därav bringas att i ett kontinuerligt neutralisationssystem reagera med en alkalimetallhydroxidlösning, företrädesvis natriumhydroxid, vilken innehåller minst 62
10 vikt-%, företrädesvis 70 vikt-% hydroxid, för att producera en neutraliserad produkt, som innehåller högst 12 vikt-%, företrädesvis 8 - 12 vikt-% vatten;

(b) till det kontinuerligen neutralisationssystemet tillsätts, medan den neutraliserade produkten bildas, polyetylenglykol med en molmassa på 4 000 - 50 000; etoxyletrat icke-joniskt ytaktivt ämne med formeln $R(OC_2H_4)_nOH$, där R är en C_{12-18} -alkylgrupp eller en C_{8-16} -alkylfenolgrupp och n är 9 - 80 och med en smältpunkt på minst 48,9°C; eller
15 blandningar därav; varvid viktförhållandet mellan tillsatsen i steg (b) och produkten som erhålls i steg (a) är 1:5 - 1:20, företrädesvis 1:10; och

(c) tvättmedelspartiklar bildas.

2. Förfarande enligt patentkrav 1 för framställning
25 av högaktiva tvättmedelspartiklar, k ä n n e t e c k n a t därav, att man i steg (a) bringar C_{12-18} -alkylsvavelsyran eller en blandning av C_{12-18} -alkylsvavelsyran och den lineära C_{10-16} -alkylbensensulfonsyran att reagera med alkalimetallhydroxidlösningen, företrädesvis så, att i blandningen
30 som bringas att reagera är viktförhållandet mellan C_{12-18} -, företrädesvis C_{14-16} -alkylsvavelsyra och lineär C_{10-16} -, företrädesvis C_{11-14} -alkylbensensulfonsyra 75:25 - 96:4, företrädesvis 80:20 - 95:5.

3. Förfarande enligt patentkrav 1 eller 2 för framställning av högaktiva tvättmedelspartiklar, k ä n n e t e c k n a t därav, att man i steg (a) bringar C_{14-16} -al-

35

kylsvavelsyran att reagera med alkalimetallhydroxidlösningen.

5 4. Förfarande enligt patentkrav 1, 2 eller 3 för framställning av högaktiva tvättmedelspartiklar, k ä n - n e t e c k n a t därav, att den neutraliserade produkten har en reservalkalitet på 0,2 - 1,0 %, företrädesvis 0,3 - 0,5 % Na₂O.

10 5. Förfarande enligt patentkrav 1, 2, 3 eller 4 för framställning av högaktiva tvättmedelspartiklar, k ä n - n e t e c k n a t därav, att det kontinuerliga neutralisationssystemet är en kontinuerlig neutralisationsslinga, vilken företrädesvis är isolerad och vilken företrädesvis innehåller en kraftigt skärande blandare, en undanträngande pump och ett lutmatningssystem för lut, som innehåller 15 minst 62 vikt-%, företrädesvis 70 vikt-% hydroxid, och därav, att inkommande syra- och lutströmmar företrädesvis matas i den kraftigt skärande blandaren, och tillsatserna i steg (b) doseras i slingan efter den kraftigt skärande blandaren och före den positivt undanträngande pumpen.

20 6. Förfarande enligt patentkrav 1, 2, 3, 4 eller 5 för framställning av högaktiva tvättmedelspartiklar, k ä n n e t e c k n a t därav, att tillsatsen i steg (b) utgörs av polyetylenglykol med en molmassa på 6 000 - 50 000, företrädesvis 7 000 - 12 000.

25 7. Förfarande enligt patentkrav 1, 2, 3, 4, 5 eller 6 för framställning av högaktiva tvättmedelspartiklar, k ä n n e t e c k n a t därav, att R är en C₁₂₋₁₈-alkylgrupp och n är 12 - 30.

30 8. Förfarande enligt patentkrav 1, 2, 3, 4, 5, 6 eller 7 för framställning av högaktiva tvättmedelspartiklar, k ä n n e t e c k n a t därav, att man i steg (c) kyler produkten från steg (b) på en kylvals tills den har stelnat och skrapar av den stelnade produkten från kylvalsen, varvid man erhåller tvättmedelsflingor.