

JAVÍTOTT TULAJDONSÁGOKKAL RENDELKEZŐ DETERGENS KÉSZÍTMÉNYEK

5

K I V O N A T

A találmány tárgya öntött detergens készítmény, amelynek szárazanyagtartalma kisebb mint 30%, folyási határfe-
10 szültsége >75kPa 20-40 °C-on. A készítmény tartalmaz

(i) 2-50 tömeg% telített zsírsavszappant, amely egy vagy több, 6-24 szénatomos zsírsavból származó sót tartalmaz,

(ii) 2-40 tömeg% detergens hatású anyagot,

15 (iii) 30-80 tömeg% vizet és kívánt esetben egy vagy több előnyös hatású folyékony adalékot,

ahol a készítményben nincs tiszta liotróp folyadék-kristályos fázis a 20-100 °C hőmérsékleten, és izotróp folyadék fázis vagy liotróp folyadékkristály diszperziós fázis van a folytonos izotróp folyadék fázison belül a
20 40-100 °C hőmérséklettartományban, és

a készítmény lényegében mentes alkohol, propilén-glikol és egyéb poliol adalékoktól, valamint só elektrolitoktól.

~~FAVÍTOTT TULAJDONSÁGOKKAL RENDELKEZŐ~~ DETERGENS KÉSZÍTMÉ-
NYEK ÉS ELŐÁLLÍTÁSA

5

A találmány tárgya öntéssel előállított szilárd detergens (tisztító hatású) készítmény, amelynek szárazanyag tartalma kisebb mint 30%, és amely nagy arányban tartalmaz vizet és folyékony, kedvező hatású alkotórészeket, és aminek a szilárdsága kellő mértékű és kedvezőek a használati tulajdonságai is.

A detergens tablettákat általában a következő két eljárás valamelyikével állítják elő: (i) a készítmény nyíró feldolgozása illetve homogenizálása, majd ezt követő extrúzió vagy préselés, (ii) öntés.

A detergens tabletták nyírással és extrúzióval történő előállítása során a készítménybe bedolgozható víz mennyisége jellemzően 15%-nál kisebb. Ezek a rendszerek multifázisú elegyek, amelyek morfológiai szerkezete "tégla a malterben szuszpendálva" típusúak. A "tégla" a szilárd részecskék, amelyek mosdószappanoknál hosszú láncú telített zsírsavak kristályos sói, szervetlen részecskék és egyebek. A "malter" különböző liotróp folyadékkristályok vagy izotróp oldat fázisok elegye, amely vizet, folyékony alkotórészeket és emellett viszonylag vízoldható szappant vagy felületaktív anyagot tartalmaz. Ezek a készítmények jellemzően 40-60% szárazanyagot, 20-50% liotróp folyadékkristályos fázist és legfeljebb 10% izotróp folyadékot tartalmaznak.

A detergens készítmények öntéssel való előállításánál a formulát folyékony állapotba hozzuk a hőmérséklet emelésével, majd formába öntjük és hagyjuk kihűlni. Ezt a technológiát általában átlátszó, személyi használatra szolgáló



szappan tabletták előállítására alkalmazzák, amelyek egyéb alkotórészek (például szappan és mesterségesen előállított felületaktív anyagok) mellett jellemzően 15-50% mennyiségben drága alkoholokat, például etanolt, poli-
5 hidroxialkoholokat, cukrokat stb. tartalmaznak az öntés időpontjában.

A US 4 165 293 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírás (Amway, 1979), a WO 96/04361 számon köz-
zétett nemzetközi szabadalmi bejelentés (P&G, 1996) olyan
10 átlátszó szilárd darabos szappant ismertet, amely szappant, mesterségesen előállított felületaktív anyagokat és vízzel oldható szerves oldószereket, például propilén-glikolt tartalmaz. A víz mennyisége ezekben a készítményekben körülbelül 10-32%.

15 A nem átlátszó detergens tabletták előállításával kapcsolatos, az öntés során felmerülő probléma az, hogy a készítmény jellemzően nem képez önthető folyadékot magasabb hőmérsékleten. A US 5 340 492 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírásban (P&G, 1994) olyan önthető
20 készítményekre igényelnek szabadalmi oltalmat, amelyek semlegesített kristályos karbonsavakat (szappanokat), szintetikus felületaktív anyagokat, valamint más folyadékok mellett nagy mennyiségben vizet tartalmaznak. A US
5 340 492 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi
25 leírás szerint előállított készítmény légysajt huzalos vágógó készülékkel meghatározott folyási határfeszültsége kisebb mint 75 kPa, és ezért nem alkalmas olyan szilárd tabletták kialakítására, amelyek keménysége a szokásos kézi használatnak megfelelő.

30 A fenti szabadalmi leírásban közölt példákban a szappan keménységének növelésére polioloikat (például propilén-glikolt) alkalmaznak, amelyeket úgynevezett a "szappan külső megjelenését biztosító savak" ("bar appearance



acids") segítségével visznek be a készítménybe. A fenti szabadalmi leírás nem ismertet olyan készítményeket, amelyekben szintetikus felületaktív anyagok mellett nincs be-
dolgozva ilyen "a szappan külső megjelenését biztosító
5 sav". Ezek a savak - amelyek ismertek a technika állásából - drágák, csökkentik a szappanhab képződésének sebességét és a hab mennyiségét (US 4 165 293, WO 96/04361).

Egy függő szabadalmi bejelentésünkben (717/Bom/99) leírtuk, hogy ha kis mennyiségben só elektrolitokat
10 ("salting-in" elektrolitokat) alkalmazunk olyan detergens készítmények öntéssel való előállításakor, amelyek zsírsav szappanokat, detergens hatású szereket tartalmaznak nagyon nagy mennyiségű víz illetve folyékony, kedvező hatású szereket mellett, akkor az előállított szilárd szappan folyási határfeszültsége 75 kPa fölötti érték lesz,
15 sajthuzalos vágó készülékkel meghatározva. Ezeket a készítményeket kézbe lehet venni, előállításuk gazdaságos, jól habzanak és kedvezőek a felhasználás során jelentkező tulajdonságaik. A fenti bejelentés szerinti zsírsav szappan egy vagy több 6-24 szénatomos semlegesített zsírsav.
20

A technika állása szerint a darabos szappan keménységét növelő adalékként általában poliolokat vagy só elektrolitokat vagy egyéb a szappan külső megjelenését előnyösen befolyásoló adalékokat alkalmaznak az olyan öntéssel
25 feldolgozható készítményekben, amelyek zsírsav szappant, detergens hatású szert, nagyon mennyiségű vizet vagy folyékony, előnyös hatású szereket tartalmaznak.

A jelen találmánnyal lehetségessé vált olyan öntött detergens készítmény előállítása, amelyek egyáltalán nem
30 vagy csak nagyon kis mennyiségben tartalmaz adalékokat, szárazanyag tartalma kisebb mint 30% és nagyon nagy mennyiségben tartalmaz vizet vagy folyékony, előnyös hatású szereket, és emellett keménysége megfelelő és a 20-40 °C



hőmérséklettartományban folyási határfeszültsége nagyobb mint 75 kPa.

A találmány egy első megvalósítása egy olyan detergens készítmény, amely előnyösen tablettaként van kialakítva, szárazanyag tartalma kisebb mint 30%, a 20-40 °C hőmérsékleten mért folyási határfeszültsége nagyobb mint 75 kPa, ahol a készítmény a következő alkotórészeket tartalmazza:

- a) 2-50 tömeg% telített zsírsav szappant, amely egy vagy több 6-24 szénatomos zsírsav sóit tartalmaz,
- b) 2-40 tömeg% detergens hatású szert, és
- c) 30-80 tömeg% vizet és adott esetben egyéb, kedvező hatású folyékony szert,

ahol a készítményre jellemző, hogy 20-100 °C hőmérsékleten nincs tiszta liotróp folyadékkristály fázisa, továbbá 40-100 °C-on egy izotróp folyadék fázist vagy liotróp folyadékkristály diszperziót képez a folytonos izotróp folyadék fázison belül.

A találmány egy még előnyösebb megvalósítása olyan öntött detergens tabletták készítmény, amelynek szárazanyag tartalma kisebb mint 30% és amely nem tartalmaz adalékokat, és amelynek a 20-40 °C hőmérsékleten mért folyási határfeszültsége nagyobb mint 75 kPa, ahol a készítmény tartalmaz

- a) 2-50 tömeg% mennyiségben telített zsírsav szappant, amely egy vagy több 6-24 szénatomos zsírsav sóit tartalmaz,
- b) 2-40 tömeg% detergens hatású szert és
- c) 30-80 tömeg% mennyiségben adott esetben folyékony kedvező hatású szert,

és ahol a készítményre jellemző, hogy

20-100 °C hőmérsékleten nincs tiszta liotróp folyadékkristály fázisa, továbbá 40-100 °C-on egy izotróp folyadék



fázist vagy liotróp folyadékkristály diszperziót képez a folytonos izotróp folyadék fázison belül.

A technika állása szerint általában alkalmazott adalékok az etanol, a propilén-glikol és egyéb poliolok, só
5 elektrolitok és más hasonlóak. A jelen találmánnyal előnyösen elkerülhető ezek alkalmazása a készítményben.

Közelebbről, a találmány szerinti folyékony készítmény előnyösen alkohol oldószerektől és poli-
hidroxi-alkoholoktól mentes. Az alatt, hogy "mentes" vagy
10 "nem tartalmaz" a jelen leírás szerint azt értjük, hogy a készítmény 5 tömeg%-nál kisebb mennyiségben, előnyösen 1 tömeg%-nál kisebb mennyiségben, még előnyösebben 0,5 tömeg%-nál kisebb mennyiségben tartalmaz, vagy egyáltalán nem tartalmaz polihidroxi-alkoholokat.

15 A jelen találmány szerinti készítmény előnyösen mentes só elektrolitoktól, azaz ezek 1%-nál kisebb mennyiségben, még előnyösebben 0,5%-nál kisebb mennyiségben vannak jelen, vagy a készítmény egyáltalán nem tartalmaz só elektrolitokat. A detergens hatású anyag előnyösen lényegében
20 nem szappan típusú anyag.

Az izotróp folyadék fázis és a folyadékkristály fázis jelenlétét a felületaktív rendszerben előnyösen optikai polarizációs mikroszkóp segítségével mutathatjuk ki. A folyadékkristályos fázis természeténél fogva anizotróp,
25 így a refrakciós index függ a beesési szögtől. Az ilyen kettősen törő rendszerek megváltoztatják a polarizált fény polarizációs síkját. Az izotróp folyadék az egymásra merőlegesen elhelyezkedő polarizátorok között feketének látszik, a folyadékkristályos rendszer átlátszóbb, például a
30 lamelláris (lemez) folyadékkristály fázis máltai keresztalakú vagy olajos csíkos (nagy hurok alakú) szerkezetet mutat, és a hexagonális fázis szerkezete legyezőszerű (fan-like). A különböző liotróp folyadékkristályos fázisok



jellemző szerkezete és ezek diszperziója ismert a szakirodalomból.

A találmány tárgya továbbá eljárás szilárd, formára alakított detergens készítmény előállítására, ahol az eljárás tartalmazza a következő lépéseket:

- (i) a fenti összetételt megolvasztjuk,
- (ii) a kapott ömledéket formába öntjük, és így megkapjuk a kívánt alakot,
- (iii) az ömledéket nyugodt körülmények között lehűtve megszilárdítjuk.

A találmány egy előnyös megvalósítása eljárás csomagolásba öntött szilárd, formára alakított detergens készítmény előállítására, ahol az eljárás a következő lépéseket tartalmazza:

- (i) a fenti összetételt megolvasztjuk,
- (ii) a kapott ömledéket előre kialakított formába öntjük, és így megkapjuk a kívánt alakot,
- (iii) az ömledéket préseljük, és
- (iv) az öntött formát nyugodt körülmények között megszilárdítjuk.

A találmány tárgya detergens készítmény, amelynek elengedhetetlenül szükséges jellemzője, hogy meghatározott fázis jellemzői vannak, amelynek eredményeként olyan szilárd öntött tablettá állítható elő, amelynek szárazanyag tartalma kisebb mint 30%, és nagyon nagy arányban tartalmaz vizet és folyékony kedvező hatású szereket. A detergens készítményre jellemző, hogy a készítménynek nincs tiszta liotróp folyadékkristályos fázisa a 20-100 °C hőmérséklet tartományban, és van egy izotróp folyadék fázisa vagy liotróp folyadékkristály diszperzió fázisa a folytonos izotróp fázison belül a 40-100 °C hőmérséklet-tartományban.



A felületaktív rendszerben az izotróp folyadék fázis és a folyadékkristályos fázis jelenlétét előnyösen optikai polarizációs mikroszkóppal lehet kimutatni. A folyadék-kristályos fázis természeténél fogva anizotróp, és ezért a törési index függ a beesési szögtől. Ezek a kettősen törő rendszerek megváltoztatják a polarizált fény polarizációs síkját. Az izotróp folyadék merőleges polarizátorok között feketének látszik, a folyadékkristályos fázisok átlátszóbbak, például a lamelláris (lemezes) folyadékkristályos fázisok máltai kereszt alakú vagy olajra jellemző (nagy hurrok alakú) textúrával rendelkeznek, míg a hexagonális fázisok nem geometrikus, legyezőszerű textúrájúak. Egyetlen fázis szerkezetén belül többféle textúrát lehet megfigyelni.

A különböző liotróp folyadékkristályos fázisok (és ezek diszperziói) jellemző textúráit a következő irodalmi helyeken ismertetik: (i) "The Aqueous Phase Behaviour of Surfactants" Robert G. Laughlin, Academic Press, New York 1994, 538-542 oldalak és (ii) "The Colloidal Domain Where Physics Chemistry, Biology and Technology Meet", D. Fennell Evans, Hakan Wennerstrom, VCH Publishers, New York 1994, 251-252 oldalak.

A találmány szerinti készítményekből kialakított szilárd formált termékek keménysége elegendő ahhoz, hogy a terméket a szokásos módon kézben lehessen tartani, előállításuk gazdaságos, jól habzanak és kedvezőek a használati tulajdonságaik. A készítmény folyási határfeszültsége nagyobb mint 75 kPa, automata penetrométerrel mérve.

A telített zsírsavszappant előnyösen a 6-24 szénatomos telített zsírsavak sói közül választjuk, választhatunk egy vagy több ilyen sót. A só lehet például egy telített zsírsav nátrium-, kálium-, magnézium-, alumínium, kalcium- vagy lítiumsója.



Különösen előnyösen egy telített zsírsav nátrium- vagy káliumsóját alkalmazzuk.

A telített zsírsavszappan a készítmény előnyösen 5-50 tömeg%, még előnyösebben 5-40 tömeg% mennyiségben tartalmazza.

A találmány szerinti készítmény tartalmaz detergens hatású anyagokat is tartalmaz, amely lehet szappan vagy nem szappan alapú. Előnyös a nem szappan alapú detergens hatású anyagok alkalmazása, amelyeket az anionos, nem io-
10 nos, kationos, amfoter és zwitterionos felületaktív anyagok és ezek keverékei közül választunk.

Detergens hatású anionos vegyületekként alkalmazhatók az olyan szerves kénvegyületek vízoldható sói, amelyek egy 8-22-szénatomos alkilcsoportot tartalmazó vegyület és egy
15 szulfonsav vagy kénsav észterből származó csoportot tartalmazó vegyület reakciójával állíthatók elő és ezek elegyei. A szintetikus anionos detergens hatású vegyületekre példaként említhetők többek között a lineáris alkilbenzol-szulfonátok, a nátrium-lauril-szulfát, a nátrium-lauriléter-szulfát, az alfa-olefin-szulfonátok, az
20 alkiléter-szulfátok, a zsírsav-metilészter-szulfonátok és az alkil-izotionátok.

A fenti detergens hatású vegyületekben a legelőnyösebb kationok közé tartozik a nátrium, a kálium, az ammónium ion és különböző aminok ionjai, így a monoetanolamin,
25 a dietanolamin és a trietanolamin ionjai.

A megfelelő nemionos detergens hatású vegyületek körét a szakirodalomban részletesen ismertetik, ilyenek a hidrofil természetű alkilénoxid csoportot tartalmazó vegyületek és a szerves hidrofób vegyületek kondenzációjával
30 előállítható vegyületek, ahol a szerves hidrofób vegyület lehet egy alifás vagy egy alkilaromás vegyület. A szokásosan alkalmazott nemionos felületaktív vegyületek a 8-22



szénatomos, egyenes vagy elágazó láncú alifás alkoholok-
nak az etilénoxiddal alkotott kondenzációs termékei, így
például a kókuszdióolaj és az etilénoxid kondenzációs ter-
méke, amely egy mól kókuszdióolajra számítva 2-15 mól eti-
5 lénoxidot tartalmaz. A nemionos felületaktív vegyületekre
példaként említhetők az alkilfenolok etilénoxiddal (EO)
alkotott kondenzációs termékei, a faggyú alkohol 10 mól
etilénoxiddal alkotott kondenzációs terméke, az alkil-de-
metilaminoxid kondenzátumok, a lauril-monoetanolamidok és
10 a cukor észterek.

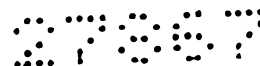
Az amfoter tulajdonságú detergens hatású anyagokra
példaként említhető többek között a kó-
kusz-amidopropil-betain és a kókusz-betain.

A találmány szerinti detergens hatású készítmények kí-
15 vánt esetben kationos vagy zwitterionos detergens hatású
vegyületeket is tartalmazhatnak.

Alkalmazható detergens hatású vegyületek vannak leírva
továbbá a következő irodalmi helyen: "Handbook of
Surfactants", M. R. Porter, Chapman and Hall, New York,
20 1991.

A találmány szerinti detergens készítményekben alkal-
mazható detergens hatású anyagok előnyösen az anionos
detergens anyagok, amelyek előnyösen legfeljebb 40%, még
előnyösebben 2-30% mennyiségben vannak jelen a készítmény-
25 ben.

A találmány egy előnyös megvalósítása szerint a ké-
szítmény tartalmaz folyékony, a bőrre kedvező hatást ki-
fejtő anyagokat is, így például hidratálószeret, bőrpu-
hító szereket, fényvédő anyagokat és a bőr öregedését gát-
30 ló anyagokat is. A hidratálószerekre és a nedvesítő sze-
rekre példaként említhetők a poliolok, a glicerin, a
cetilalkohol, a Carbopol 934, az etoxilezett ricinusolaj,
a paraffin olajok, a lanolin és ezek származékai. A ké-



szítmények tartalmazhatnak szilikon vegyületeket is, így például szilikon típusú felületaktív anyagokat, így DC3225C-t (Dow Corning) és/vagy szilikon típusú bőrpuhító anyagokat vagy szilikon olajokat (DC-200 Ex-Dow Corning).
5 Fényvédő anyagként alkalmazható például a 4-terc-butyl-4'-metoxy-dibenzoilmetán (ami Parsol 1789 név alatt van kereskedelmi forgalomban, gyártója Givaudan) és/vagy a 2-etyl-hexil-metoxi-cinnamát (ami Parsol MCX név alatt van kereskedelmi forgalomban, gyártója Givaudan) és
10 egyéb UV-A és UV-B fényvédők. A készítmény tartalmazhat más, a bőrre kedvező hatást kifejtő anyagokat is, így például polietilén-glikolt (PEG).

A készítményben kívánt esetben jelen lehetnek továbbá só elektrolitok, poliolok, haj kondicionáló szerek, töltő-
15 anyagok, színezőanyagok, parfümök, opalizáló szerek, konzerválószerke, egy vagy több vízben oldhatatlan, részecskékből álló (szemcsés) anyag, így például talkum, kaolin, poliszacharidok és más egyéb szokásosan alkalmazható alkotórészek, azonban a készítmény előnyösen nem tartalmaz
20 poliolokat és só elektrolitokat.

A találmány szerinti előnyös eljárással olyan detergens készítmény olvadékát állítjuk elő, amely 2-50 tömeg% telített zsírsavszappant, 2-40 tömeg% nem-szappan detergens hatású anyagot és 30-80% vizet vagy
25 más, folyékony, kedvező hatású anyagot tartalmaz, és a készítményre jellemző, hogy nem tartalmaz tiszta liotróp folyadékkristályos fázist a 20-100 °C hőmérséklet-tartományban, és a 40-100 °C hőmérséklet tartományban izotróp folyadék fázist vagy liotróp folyadékkristály
30 diszperziós fázist tartalmaz a folyamatos izotróp folyadék fázison belül. A találmány szerint az olvadékot megfelelő öntőformába vagy előre kialakított, a kívánt alaknak meg-



felelő polimer öntőformba öntjük, a formát lezárjuk és nyugodt körülmények között lehűtve hagyjuk megszilárdulni.

Az öntőformát az előállítani kívánt szappan alakjának megfelelően választjuk ki, ahol a szappan lehet közel sík alakú tabletta vagy szappan darab (blokk). A szappan darabok (blokkok) tovább alakíthatók megfelelő alakú detergens termékekké.

Ha a kapott szilárd detergens készítményt egy majdnem sík alakú, melegítés közben formált öntőformába öntjük, akkor az öntvényt lezárva csomagolásba öntött detergens készítményt kapunk. Az ilyen készítmények előállításánál az öntőformát előnyösen azonnal a töltés után lezárjuk.

A találmányt a továbbiakban a következő nem korlátozó példákkal szemléltetjük.

15 1. példa

A fázisok viselkedésének vizsgálata a találmány szerinti készítményekben

A találmány szerinti készítményekre jellemző, hogy nem rendelkeznek tiszta liotróp kristályos fázissal a 20-100 °C hőmérséklet tartományban, és egy izotróp folyadék fázist vagy liotróp folyadék kristályos fázisok diszperzióját képezik a folyamatos izotróp folyadék fázison belül a 40-100 °C hőmérséklet tartományban. A találmány szerinti és az ismert készítmények tulajdonságaira vonatkozó összehasonlító példákat az 1. táblázatban foglaljuk össze.

Fázis jellemzők

A találmány szerinti készítmény fázis jellemzőit optikai polarizációs mikroszkóppal határoztuk meg. A megolvadt készítményből egy cseppet rávittünk mikroszkóp üveglemezére, és egy fedőlemezzel letakartuk. A fedőlemez sarkait UV ragasztóval lezártuk, hogy a nedvesség veszteséget a lehető legkisebbre korlátozzuk. Az üveg lemezt megolvasztottuk



a mikroszkóp állványon, ami el volt látva egy szabályozható melegítő/hűtő eszközzel. A rendszert 100 °C-ra melegítettük, 1 °C/perc sebességgel. Feljegyeztük azt a hőmérsékletet, amelyen izotróp folyadék fázis, ennek diszperziója vagy tiszta folyadékkristály fázis képződött.

A rendszert 1 °C/perc sebességgel hűtve megszilárdítottuk az anyagot és így vizsgáltuk, hogy képződött-e folyadékkristály fázis a hűtés alatt. A liotróp kristályos fázis természeténél fogva anizotróp, és ezért refrakciós (fénytörési) indexe iránytól függő. Az ilyen kettősen törő rendszerek általában megváltoztatják a polarizált fény polarizációs síkját. Az izotróp folyadék merőleges polarizátorok között feketének látszik, de a folyadékkristályos rendszer átlátszóbb, például a lamelláris folyadékkristályos fázis máltai kereszt alakú vagy olajos csíkos (nagy hurok alakú) textúrát mutat, ahol a hexagonális fázis nem geometrikus, legyezőszerű szerkezetet mutat.

Egy fázis szerkezeten belül többféle textúra figyelhető meg. A különböző liotróp folyadékkristályos fázisok (és ezek diszperziója) jellemző textúráit ismertetik a következő irodalmi helyek: (i) "The Aqueous Phase Behaviour of Surfactants" Robert G. Laughlin, Academic Press, New York 1994, 538-542 oldalak és (ii) "The Colloidal Domain Where Physics Chemistry, Biology and Technology Meet", D. Fennell Evans, Hakan Wennerstrom, VCH Publishers, New York 1994, 251-252 oldalak.

(b) A szárazanyag tartalom meghatározása

Alacsony mezejű NMR vizsgálatot alkalmaztunk a detergens készítmények szárazanyagtartalmának meghatározására, a következő helyeken leírt módszereket követve:

Suresh M. Nadakatti, "Modified Data Handling for Rapid Low Field NMR Characterization of Lyotropic Liquid Crystal



Composites", J. Surfactants and Detergents, 2 (4), 515-521 (1999)].

c) Detergens tabletták előállítás

Detergens összetétel olvadékát 80 °C-ra emelt hőmérsékleten a következő méretekkel rendelkező téglatest alakú öntőformába öntöttük: 75 mm magasság, 55 mm szélesség és 40 mm mélység. Az összetételt hagytuk lehűlni és megszilárdulni és így detergens tablettát kaptunk.

d) A folyási határfeszültség mérése:

A detergens tablettát kályhába tettük, 25 °C és 40 °C hőmérsékleten tartottuk 4 órán át majd automata penetrométerrel vizsgáltuk, miután beállt az egyensúly. A mérés során a következő előírást követtük:

A PNR 10 típusú (gyártó M/s Petrotest Instruments GmbH) automata penetrométert alkalmaztunk a folyási határfeszültség mérésére, Standard Hollow Cone segítségével (18-0101 termékszám, ASTM 217- IP 50), egy Plungerrel együtt (18-0042 tételszám). A kónusz (kúp) egy kúpos réz test volt, amely megfogható, keményacél csúccsal (tűskével) volt ellátva. A kónusz össztömege 102,5 g volt. A mozgatható tűske össztömege 47,5 g volt. A detergens tablettába behatoló kónusz és tűske össztömege 150 g volt. Alkalmaztunk egy 50 g-os és egy 100 g-os kiegészítő súlyt is, ezekkel együtt a mintára ráeső össztömeg 25 °C és 40 °C volt.

A minták folyási határfeszültségét 25 °C-on és 40 °C-on a következő műveleteket végezve mértük meg:

1. A detergens tablettát a penetrométer asztalára helyeztük.

2. A penetrométer mérőeszközét olyan méretre állítottuk be, hogy a penetrométer hegye érintse a mérőasztalt de ne hatoljon bele.



3. A mérési műveletet a "start" gomb megnyomásával indítottuk.

4. A kijelzőn leolvastuk a penetráció mélységét mm-ben.

5. A mért penetrációs mélységből a detergens tabletta folyási határfeszültségét a következő egyenlet segítségével számítottuk:

folyási határfeszültség = alkalmazott erő / (a kónusz felületére vetítve) =

$$= (m \times g) \times 10^3 / [\pi (p \tan 1/2 \theta + 1/2 a \text{ csúcs átmérő})^2]$$

ahol:

a folyási határfeszültség kPa-ban kapjuk meg,

m = szappan felületére eső összes tömeg kg-ban megadva

g = nehézségi gyorsulás m/s^2

p = a mért penetráció mm-ben

θ = a kúpszög

csúcs átmérő = 0,359 mm

A fenti egyenlet szerint ha a mért penetráció mélysége a mintára eső 200 g össztömeg mellett <10 mm, akkor a minta folyási határfeszültsége >75 kPa. Három mérést végeztünk 150 g, 200 g és 250 g mintára eső össztömeg mellett, és a detergens tabletta folyási határfeszültségének a három mérés átlagát tekintettük.

e) Példák a detergens tabletta készítményekre

Az 1. táblázatban feltüntetett adatok alapján megállapítható, hogy csak az 1.1 példa szerinti összetétel fázis jellemzői felelnek meg a találmány szerinti fázis jellemzőknek az olyan detergens tabletták közül, amelyek folyási határfeszültsége > 75 kPa. Az 1.2 és az 1.3 példák szerinti készítmények lágyak, mivel a 35-75 °C hőmérséklet tartományban tiszta liotrop kristályos fázist képeznek, és



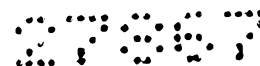
nem képeznek izotróp folyadék fázist vagy ilyen diszperziót a 40-100 °C hőmérséklet tartományban.

Az 1.4 példa szerinti készítménynél az a hőmérséklet, amelynél izotróp fázis vagy ennek diszperziója képződött a melegítés során, a találmány szerint meghatározott hőmérséklet tartományba esett, de a hűtés alatt tiszta folyadékkristályos fázis képződött és ennek következtében a szappan lágú volt. Ez azt mutatja, hogy a megfelelő keménységű és $75 > \text{kPa}$ alatti folyási határfeszültségű szappanok előállításának elengedhetetlenül szükséges követelménye, hogy a fázis jellemzőkre vonatkozó mindkét követelmény teljesüljön.

1. táblázat

Készítmény	1.1 példa	1.2 példa	1.3 példa	1.4 példa
Nátrium-sztearát	15	15	12	16,2
Nátrium-lauriléter-szulfát	-	10	10	-
Kokobetain	5	-	-	10
Víz	80	75	78	73,8
Van-e a készítményben tiszta folyadék-kristályos fázis a 20-100 °C hőmérséklet-tartományban?	nincs	igen, tiszta H1* fázis (75-35 °C)	igen, tiszta H1* fázis (75-35 °C)	igen, tiszta H1* fázis (75-35 °C)
Van-e a készítményben izotróp folyadék fázis vagy liotróp folyadék-kristályos fázis diszperziója a folyamatos izotróp folyadék fázison belül a 40-100 °C hőmérséklet-tartományban?	igen 65 °C fölött	nincs	nincs	igen 80 °C fölött
A hűtés során keletkeznek-e szilárd kristályok a készítményben?	igen	igen	igen	igen
Szárazanyag tartalom%	16,6	15	13	11,7
Folyási határfeszültség 25 °C-on (kPa)	266	55	54	47





*H1 a tiszta hexagonális folyadékkristályos fázis

A 2. táblázatban további példákat mutatunk be a találmány szerinti készítmények fázis tulajdonságaira, a 3. táblázatban pedig a nem találmány szerinti (összehasonlí-
5 tó) készítmények fázis tulajdonságaira. A 2. táblázat szerinti készítmények szárazanyag tartalma kisebb mint 20%, és a készítmények folyási határfeszültsége mégis >75 kPa, 25 °C-on. A 3. táblázat szerinti készítmények ezzel szemben lágyak.

2. táblázat

Készítmények	1.5 példa	1.6 példa	1.7 példa	1.8 példa	1.9 példa	1.10 példa	1.11 példa
Nátrium-sztearát					13		
Nátrium-palmitát	20	18					
Nátrium-mirisztát			20	25	6,6		
Nátrium-laurát						22,2	
Nátrium-hidroxi-sztearát							21,5
Nátrium-ricinoleát							11
Nátrium-lauriléter-szulfát		6				5	
Nátrium-laurilszulfát			8		6		
Kokobetain							
alfa-Olefin-szulfonát	8			8			10
Víz	72	76	72	62	74,4	72,8	57,5
Van-e a készítményben tiszta folyadékkristályos fázis a 20-100 °C hőmérséklet tartományban?	nincs	nincs	nincs	nincs	nincs	nincs	nincs
Van-e a készítményben tiszta izotróp folyadék fázis vagy liotróp folyadékkristályos fázis diszperziója a folyamos izotróp folyadék fázison belül, a 40-100 °C hőmérséklettartományban?	igen, 65 °C fő-lött	igen, 64 °C fő-lött	igen, 55 °C fő-lött	igen, 55 °C fő-lött	igen, 50 °C fő-lött	igen, 42 °C fölöött	igen, 80 °C fölöött
A hűtés során keletkeznek-e szilárd kristályok a készítményben?	igen	igen	igen	igen	igen	igen	igen
Szárazanyag tartalom %	20	19,2	13,1	18,6	17,6	9	17
Folyási határfeszültség 25 °C-on (kPa)	154	350	133	613	143	296	110

3. táblázat

Készítmények	1.12 példa	1.13 példa	1.14 példa
Nátrium-sztearát	7,7		
Nátrium-palmitát	9,4	15	20
Nátrium-mirisztát			
Nátrium-laurát			14
Nátrium-hidroxi-sztearát			
Nátrium-ricinoleát			11
Nátrium-oleát			18,6
Nátrium-lauriléter-szulfát	8,6	10	
Nátrium-laurilszulfát			
Kokobetain			
alfa-Olefin-szulfonát			
Víz	74,3	75	36,4
Van-e a készítményben tiszta folyadék-kristályos fázis a 20-100 °C hőmérséklettartományban?	igen, tiszta *H1 fázis (100-40 °C)	igen, tiszta *H1 fázis (58 °C alatt)	igen, tiszta *H1 fázis (58 °C alatt)
Van-e a készítményben tiszta izotróp folyadék fázis vagy liotróp folyadék-kristályos fázisok diszperziója a folyamatos izotróp folyadék fázison belül, a 40-100 °C hőmérséklettartományban?	nincs	nincs	nincs
A hűtés során keletkeznek-e szilárd kristályok a készítményben?	igen	igen	igen
Szárazanyagtartalom %	19,7	16,5	21,5
Folyási határfelesztés 25 °C-on (kPa)	49	73	<15





*H1 a tiszta hexagonális folyadékkristályos fázis

2. példa

Eljárás detergens tabletták előállítására

Az 1. példa szerinti vizsgálati előírást alkalmazva az
5 1.5 - 1.11 példák szerinti zsírsavkeveréket 2 l-es gömb-
lombikba mértük be és összekevertük nem-szappan detergens
hatású anyaggal és vízzel. A vizsgált minta hőmérsékletét
80 °C-ra emeltük. Vizes nátriumhidroxid oldatot adtunk az
elegyhez a zsírsavak semlegesítésére. Az elegy hőmérsékle-
10 tét 80 °-on tartottuk, így tiszta izotróp oldatot kaptunk.
A detergens ömledékét 80 °C-on hő hatása alatt kialakított
polimer formába öntöttük és a formát lezártuk. A formát
hagytuk lehűlni, amíg a szappan ömledék megszilárdult és
így csomagolásba öntött detergens tablettát kaptunk.



Szabadalmi igénypontok

1. Öntött detergens készítmény, amelynek szárazanyag-
5 tartalma kisebb mint 30%, folyási határfeszültsége >75kPa
20-40 °C-on, **azzal jellemezve**, hogy tartalmaz

(i) 2-50 tömeg% telített zsírsavszappant, amely egy
vagy több, 6-24 szénatomos zsírsavból származó sót tartal-
maz,

10 (ii) 2-40 tömeg% detergens hatású anyagot,

(iii) 30-80 tömeg% vizet és kívánt esetben egy vagy
több előnyös hatású folyékony adalékot,

ahol a készítményben nincs tiszta liotróp folyadék-
kristályos fázis a 20-100 °C hőmérsékleten, és izotróp fo-
15 lyadék fázis vagy liotróp folyadékkristály diszperziós fá-
zis van a folytonos izotróp folyadék fázison belül a
40-100 °C hőmérséklettartományban, és

a készítmény lényegében mentes alkohol, propilén-glikol
és egyéb poliol adalékoktól, valamint só elektrolitoktól.

20 2. Az 1. igénypont szerinti öntött detergens hatású
készítmény, ahol a víz és az adott esetben jelenlévő ked-
vező hatású szer a készítményben 60-80 tömeg% mennyiségben
van jelen.

25 3. Az 1. vagy 2. igénypontok szerinti öntött
detergens készítmény, ahol a detergens hatású anyag egy
nem szappan típusú detergens.

4. Az 1-3. igénypontok bármelyike szerinti öntött
detergens készítmény, ahol a zsírsavszappan egy zsírsav
nátrium- vagy kálium sója.

30 5. Az 1-4. igénypontok bármelyike szerinti öntött
detergens készítmény, ahol a folyékony kedvező hatású szer
hidratálószer, nedvesítőszer, bőrpuhító szer, fényvédő
vagy öregedés elleni szer.



6. Eljárás az 1-5. igénypontok bármelyike szerinti detergens hatású készítmény előállítására, **azzal jellemezve**, hogy

(i) előállítunk egy detergens ömledéket,

5 (ii) a detergens ömledéket a kívánt alaknak megfelelő formába öntjük,

(iii) az ömledéket lehűtjük vagy lehűlni hagyjuk, és így megkapjuk a szilárd detergens készítményt.

7. A 6. igénypont szerinti eljárás, **azzal jellemezve**,
10 hogy az (ii) lépésben még a következő műveleteket is végrehajtjuk:

(iia) az ömledéket egy előre elkészített, a kívánt alaknak megfelelő polimer öntőformába öntjük, és

(iib) lezárjuk az öntőformát,

15 és így egy csomagolásba öntött, megformázott szilárd detergens készítményt kapunk.

A meghatalmazott:

20

DANUBIA

Szabadalmi és Védjegy Iroda Kft.

25

Szimonné Backhausz Beáta
Szimonné Backhausz Beáta
szabadalmi ügyvivő

99098-2227C SBE/ZE

φ rajt oldal

L

07106/16