

PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

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

(19)
ČESKÁ
REPUBLICA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(22) Přihlášeno: 19.11.1997
(32) Datum podání prioritní přihlášky: 06.12.1996
(31) Číslo prioritní přihlášky: 1996/96203473
(33) Země priority: EP
(40) Datum zveřejnění přihlášky vynálezu: 14.06.2000
(Věstník č. 6/2000)
(86) PCT číslo: PCT/US97/21041
(87) PCT číslo zveřejnění: WO98/24873

(21) Číslo dokumentu:

1999 - 1962

(13) Druh dokumentu: A3

(51) Int. Cl. ⁷:

C 11 D 17/00

C 11 D 11/00

C 11 D 3/22

(71) Přihlašovatel:

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

(72) Původce:

Van Dijk Paul Irma Albertus, Putte, BE;
Poucke Jeroen, Lokeren, BE;
Salager Serge, Merida, VE;

(74) Zástupce:

PATENTSERVIS PRAHA a.s., Jivenská 1, Praha 4,
140 00;

(54) Název přihlášky vynálezu:

**Detergentní tableta, která obsahuje jádro a
potah, a způsob její výroby**

(57) Anotace:

Detergentní tableta, která obsahuje jádro a potah, přičemž toto jádro je vyrobeno vylisováním sypkého materiálu, tento sypký materiál obsahuje povrchově aktivní činidlo a detergentní stavební složku, přičemž tato tableta dále obsahuje dezintegrační činidlo a alespoň část tohoto dezintegračního činidla je obsažena v potahu. Je popsán také způsob výroby této dezintegrační tablety.

CZ 1999 - 1962 A3

Detergentní tableta, která obsahuje jádro a potah, a způsob její výroby

Oblast techniky

Předložený vynález se týká detergentních tablet, které obsahují jádro a potah, tedy potahovaných detergentních tablet, zvláště těch, které se používají v automatických pračkách, a způsobu výroby těchto tablet.

Dosavadní stav techniky

I když čistící prostředky ve formě tablet jsou často navrhovány, nezískaly si (s výjimkou kostek mýdla pro osobní mytí) žádný podstatný úspěch přes některé výhody výrobků v jednotkové dispergované formě. Jedním z důvodů tohoto stavu může být to, že detergentní tablety vyžadují relativně složitý způsob výroby. Zvláště pak je často žádoucí získat tabletu s potahem a to způsobuje problémy při její výrobě.

I když tablety bez potahu jsou při používání naprosto účinné, obvykle jim chybí nutná tvrdost povrchu, aby vydržely obrousování, které je součástí normální výroby, balení a zacházení s nimi. Výsledkem je to, že nepotahované tablety trpí oděrem během těchto procesů, což vede k rozlámaným tabletám a ke ztrátě účinného materiálu.

A konečně, potahování tablet je často žádoucí z estetických důvodů, aby se zlepšil vnější vzhled tablety nebo aby se dosáhlo nějakého zvláštního estetického účinku.

Byly navrženy četné způsoby potahování tablet. Mnohé z těchto způsobů byly navrženy pro detergentní tablety. Všechny tyto způsoby však mají jisté nevýhody, jak bude dále vysvětleno.

Britský patentový spis A 0 989 683, publikovaný 22. dubna

1965, popisuje způsob výrobu sypkého detergentu z povrchově aktivních činidel a anorganických solí rozprašováním na oxid křemičitý rozpustný ve vodě a vylisováním detergentních částic na tablety udržující si pevný tvar. Nakonec organický polymer snadno tvořící film rozpustný ve vodě (například polyvinylalkohol) poskytuje potah pro výrobu detergentní tablety resistantní vůči oděru a náhodnému zlomení.

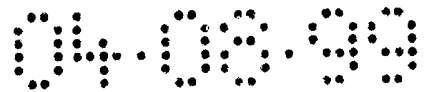
Evropská patentová přihláška 0 002 293, publikovaná 13. června 1979, popisuje tabletový potah obsahující hydratovanou sůl, jako je octan, metaboritan, orthofosforečnan, vlnan a síran.

Evropská patentová přihláška 0 716 144, publikovaná 12. června 1996, také popisuje prací detergentní tablety s potahy rozpustnými ve vodě, kterými mohou být organické polymery včetně kopolymeru kyselina akrylová/kyselina maleinová, polyethylenglykolu, PVPVA a cukru.

Spis WO 95/18 215, publikovaný 6. července 1995, poskytuje potahy nerozpustné ve vodě pro pevné lité tablety. Tyto tablety se připravují s hydrofobními potahy zahrnujícími vosk, mastnou kyselinu, amidy mastných kyselin a polyethylenglykol.

Nevýhodou objevů předchozí oblasti techniky je to, že potah, který je dostatečně silný a dostatečně pevný, aby odolával oděru, má také tendenci se při použití pomalu rozpadat a rozpouštět.

Předložený vynález poskytuje prostředky, kterými se mohou získávat tablety s jádrem, které se vytvoří vylisováním sypkého materiálu, při čemž tento sypký materiál obsahuje povrchově aktivní činidlo a detergentní stavební složku, s tvrdým, tenkým potahem, takže se mohou skladovat, posílat a může se s nimi zacházet, ale potah se rozpadne, jestliže je tableta v pračce, takže se uvolní měkké jádro, které se snadno a rychle rozpadá a uvolňuje tak účinné složky do pracovního roztoku.



Předmětem předloženého vynálezu je získat tabletu, které se úplně dezintegruje a disperguje, zvláště v alkalických roztocích nebo na povrchově aktivní činidlo bohatých roztocích, jako je prací voda.

Podstata vynálezu

Předmětem předloženého vynálezu je získání tablety, která dále obsahuje dezintegrační činidlo, při čemž alespoň jedno dezintegrační činidlo je obsaženo v potahu. Je výhodné, aby tableta dále obsahovala efervescentní činidlo, například zdroj rozpustné kyseliny a uhličitán alkalického kovu.

V dalším aspektu tohoto vynálezu se získává způsob výroby tablet, který sestává ze stupňů:

- a) výroby jádra vylisováním sypkého materiálu, tento sypký materiál obsahuje povrchově aktivní činidlo a detergentní stavební složku,
- b) aplikování potahovacího materiálu na jádro, při čemž potahovací materiál je ve formě taveniny, a
- c) ponechání roztaveného potahovacího materiálu ztuhnout, při čemž potahovací materiál obsahuje dezintegrační činidlo. Potahovací materiály mají s výhodou teplotu tání v rozmezí do 40 do 200 °C.

V alternativě k tomuto provedení vynálezu se získává způsob výroby tablet, který sestává ze stupňů:

- a) výroby jádra vylisováním sypkého materiálu, tento sypký materiál obsahuje povrchově aktivní činidlo a detergentní stavební složku,
- b) aplikování potahovacího materiálu na jádro, při čemž potahovací materiál je rozpuštěn v rozpouštědle, a
- c) ponechání rozpouštědla odpařit, při čemž potahovací materiál obsahuje dezintegrační činidlo.

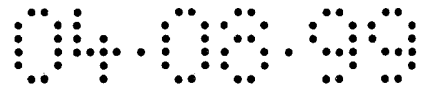
V další části tohoto popisu bude vynález podrobně popsán.



Tablety, které se mají potahovat podle předloženého vynálezu, se mohou jednoduše připravovat tak, se se pevné přísady spolu smíchají a směs se vylisuje konvenčním tabletovacím lisem, jaký se používá například ve farmaceutickém průmyslu. K pevným sypkým složkám se mohou zahrnout konvenčním způsobem přidat jakékoliv kapalné složky, například povrchově aktivní činidlo nebo potlačovatel pění. Základní složky se s výhodou používají v sypké formě.

Zvláště u tablet pro praní se složky, jako je stavební činidlo a povrchově aktivní činidlo, mohou vysušit rozprašováním konvenčním způsobem a potom se za vhodného tlaku vylisovat. Detergentní tablety se mohou vyrábět v jakékoliv velikosti nebo tvaru a mohou, jestliže je to žádoucí, být zpracovány na povrchu před potahováním podle předloženého vynálezu. V jádru tablety je zahrnuto povrchově aktivní činidlo a stavební složka, které normálně poskytují podstatnou část čistící účinnosti tablety. Pojem "stavební složka" je zde míněn tak, že znamená všechny materiály, které mají tendenci odstraňovat vápenaté ionty z roztoku, buď ionexem, vytvořením komplexu, vychytáváním nebo srážením.

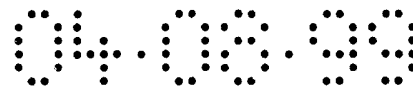
Sypký materiál, který se používá pro výrobu tablety podle tohoto vynálezu, se může vyrobit jakýmkoliv způsobem výroby sypkého materiálu nebo granulací. Příkladem tohoto způsobu je sušení rozprašováním (v souběžných nebo paralelních věžích sušících rozprašováním), které typicky poskytují nízké objemové hustoty 600 nebo méně g/l. Sypký materiál vyšší hustoty se může připravit granulováním a zahuštěním v dávkovacím mixeru/granulátoru s vysokým stříhem nebo způsobem kontinuální granulace nebo zahušťování (např. použitím mixerů typu Lodige^(R) CB a/nebo Lodige^(R) KM). Mezi další vhodné postupy patří způsoby ve fluidním loži, zhutňovací způsoby (například zhutnění válcem) a vytlačování, stejně jako jakýkoliv sypký materiál vyrobený jakýmkoliv chemickým postupem, jako je vločkování, krystalizace atd. Jednotlivé částice mohou znamenat také jiné částice, granule, kuličky nebo zrníčka.



Sypké materiály se spolu mohou smíchat jakýmikoliv konvenčními způsoby. Dávka je vhodná například pro zpracování v míchačce betonu, v Nautově míchačce, kaučukové míchačce nebo jakkoliv jinak. Lze použít také jakékoliv postupy míchání prováděné kontinuálně odměřením hmotnosti každé složky na pohyblivý pás a jejich smícháním v jednom nebo více bubnech nebo míchadlech. Může se provádět také postříkání kapalným sprejem směsí sypkých materiálů (např. neiontová povrchově aktivní činidla). Na směs sypkých materiálů se mohou nastříkat také jiné kapalné složky buď odděleně nebo předem smíchány. Například se může nastříkat parfém a suspenze optických zjasňujících činidel. K sypkým materiálům po nastříkání neiontových složek se mohou přidat jemně rozemletá sypká pomocná činidla (prachová činidla, jako jsou zeolity, uhličitany, křemičitany), s výhodou na konci způsobu, aby byla směs méně lepivá.

Tablety se mohou vyrábět jakýmikoliv zhutňovacím postupem, jako je tabletování, briketování nebo vytlačování, s výhodou tabletováním. Mezi vhodné zařízení patří standardní jednoduchý zdvihový nebo rotační lis (jako je Courtoy^(R), Korch^(R), Manesty^(R) nebo Bonals^(R)). Tablety připravené podle tohoto vynálezu mají s výhodou průměr mezi 40 mm a 50 mm a hmotnost mezi 25 a 60 g. Zhutňovací tlak používaný pro výrobu těchto tablet nemusí převyšovat 5000 kN/m², s výhodou nepřevyšují 3000 kN/m² a nejvýhodněji nepřevyšuje 1000 kN/m².

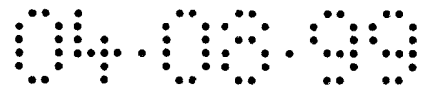
Podle předloženého vynálezu se potom tablety potáhnou potahem tak, aby tableta neabsorbovala vlhkost nebo absorbovala vlhkost pouze velmi pomalu. Potah je také pevný, takže mírné mechanické nárazy, kterým jsou tablety vystaveny během zacházení, balení a posílání, vedou k ne více než velmi nízkým množství zlomů nebo otěrů. A konečně, potah je obvykle křehký, takže tableta se rozlomí, jestliže je podrobena silnějším mechanickému nárazu. Dále je výhodné, jestliže se potahovací materiál rozpouští za alkalických podmínek nebo se snadno emulguje působením povrchově aktivních činidel. Tím se lze vyhnout tomu, aby se nerozpuštěné částice nebo kousky potahovacího ma-



teriálu ukládaly na prací náplni. To může být důležité, jestliže potahovací materiál je úplně nerozpustný (například méně než 1 g/l) ve vodě.

"V podstatě nerozpustný", jak je zde definováno, znamená velmi malou rozpustnost ve vodě. To by mělo být chápáno tak, že jde o rozpustnost ve vodě při 25 °C v množství menším než 20 g/l, s výhodou méně než 5 g/l, výhodněji méně než 1 g/l. Rozpustnost ve vodě se měří podle testovacího protokolu ASTM E1148-87 nazvaného "Standardní testovací způsob měření rozpustnosti ve vodě".

Vhodnými potahovacími materiály jsou mastné kyseliny, dikarboxylové kyseliny se 2 až 13 atomy uhlíku, mastné alkoholy, dioly, estery a ethery. Mezi výhodné mastné kyseliny patří ty kyseliny, které mají délku uhlíkatého řetězce od 12 do 22 a nejvýhodněji od 18 do 22 atomů uhlíku. Výhodnými dikarboxylovými kyselinami jsou kyselina šťavelová (se 2 atomy uhlíku), kyselina malonová (se 3 atomy uhlíku), kyselina jantarová (se 4 atomy uhlíku), kyselina glutarová (s 5 atomy uhlíku), kyselina adipová (se 6 atomy uhlíku), kyselina pimelová (se 7 atomy uhlíku), kyselina korková (s 8 atomy uhlíku), kyselina azelaová (s 9 atomy uhlíku), kyselina sebaková (s 10 atomy uhlíku), kyselina undekandiová (s 11 atomy uhlíku), kyselina dodekandiová (s 12 atomy uhlíku) a kyselina tridekandiová (se 13 atomy uhlíku). Mezi výhodné mastné alkoholy patří alkoholy s 12 až 22 atomy uhlíku v uhlíkovém řetězci, nejvýhodněji se 14 až 18 atomy uhlíku. Výhodnými dioly jsou 1,2-oktadekandiol a 1,2-hexadekandiol. Výhodnými estery jsou tristearin, tripalmitin, methylbenenát a ethylstearát. Mezi výhodné ethery patří monohexadecylether diethylenglykolu, monooktadecylether diethylenglykolu, monotetradecylether diethylenglykolu, fenylether, ethylnaftylether, 2-methoxynaftalen, β -naftylmethylether a monooktadecylether glycerolu. Mezi další výhodné potahovací materiály patří dimethyl-2,2-propanol, 2-hexadekanol, 2-oktadekanon, 2-hexadekanon, 2,15-hexadekandion a 2-hydroxybenzylalkohol.



Detergentní tablety se však připravují, ať jsou v jakékoli formě, tak, že jsou potaženy podle předloženého vynálezu potahovacím materiálem, který má teplotu tání s výhodou od 40 do 200 °C.

Potah se může aplikovat četnými způsoby. Dvěma výhodnými způsoby potahování jsou a) potažení roztaveným materiálem a b) potažení roztokem materiálu.

Podle ad a) se potahovací materiál aplikuje při teplotě nad jeho teplotou tání a ztuhne na tabletě. Podle ad b) se potah aplikuje jako roztok a rozpouštědlo se vysuší tak, aby zůstal koherentní potah. V podstatě nerozpustný materiál se může aplikovat na tabletu například rozprášením nebo ponořením. Normálně, jestliže se roztavený materiál nastříká na tabletu, rychle ztuhne za vzniku koherentního potahu. Jestliže se tablety ponoří do roztaveného materiálu a potom se odstraní, rychlé ochlazení opět způsobí rychlé ztuhnutí potahovacího materiálu. Jasně v podstatě nerozpustné materiály, které mají teplotu tání pod 40 °C, nejsou za teploty místnosti dostatečně pevné a o materiálech, které mají teplotu tání nad 200 °C, bylo zjištěno, že nejsou pro používání praktické. Tyto materiály s výhodou tají od 60 do 160 °C, výhodněji od 70 do 120 °C.

"Teplotou tání" se rozumí teplota, při které materiál, jestliže se pomalu zahřívá, například v kapilární trubičce, přejde na čirou kapalinu.

Podle předchozího vynálezu se může aplikovat potah jakékoliv žádoucí tloušťky. Pro většinu účelů potah představuje od 1 do 10, s výhodou od 1,5 do 5 % hmotn. z hmotnosti tablety.

Potahy tablet podle předloženého vynálezu jsou velmi tvrdé a dávají tabletě mimořádnou pevnost.

Podle předloženého vynálezu se rozbití potahu ve vodě zlepšuje přidáním dezintegračního činidla k potahu. Toto dezintegrač-

ní činidlo, jakmile přijde do kontaktu s vodou, nabobtná a rozlomí potah na malé kousky. Tím se zlepší rozpouštění potahu v pracím roztoku. Toto dezintegrační činidlo je suspendováno v tavenině potahu v množství až 30, s výhodou od 5 do 20 a nejvýhodněji od 5 do 10 % hmotn.

Možná dezintegrační činidla jsou popsána v *Handbook of Pharmaceutical Excipients* (1986). Mezi příklady vhodných dezintegračních činidel patří škrob: přírodní, upravený nebo předželatinizovaný škrob, sodná sůl glukonátu škrobu, gummy: agarová guma, guarová guma, chlebovníková guma, guma karaya, pektinová guma a tragant, sodná sůl kroskarmylosy, krospovidon, celuloza, karboxymethylceluloza, kyselina alginová a její soli včetně alginátu sodného, oxid křemičitý, hlinka, polyvinylpyrrolidon, sojové polysacharidy, ionexové pryskyřice a jejich směsi.

Podle složení výchozího materiálu a tvaru tablet se používaná síla pro zhutnění upraví tak, aby neovlivnila pevnost (Diametral Fracture Stress) a dobu dezintegrace v pračce. Tento způsob se může použít pro přípravu homogenních nebo vrstvených tablet jakékoliv velikosti nebo tvaru.

DFS (Diametrical Fracture Stress) je způsob vyjádření pevnosti tablety a stanovuje se podle následující rovnice:

$$= 2F/\mu Dt,$$

kde F je maximální síla (Newton), která způsobí prasknutí v tahu (zlom), měřená testovacím zařízením tvrdosti tablet VK 200, dodávaným Van Kell Industries, Inc., D je průměr tablety a t je tloušťka tablety.

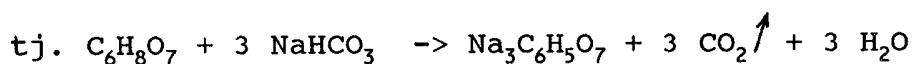
(*Method Pharmaceutical Dosage Forms: Tablets 2*, strana 213 až 217.).

Rychlost dezintegrace detergentní tablety lze stanovit dvěma způsoby:

- a) Zařízením "Van Kel" Friabilator s bubny "Vankel Type".
- Dvě tablety o známé hmotnosti a D.F.S. se vloží do bubnu Friabilator.
 - Buben se nechá rotovat dvacet otáček.
 - Všechny produkt a zbývají kousky tablet z bubnu Friabilator se izolují a prosejí se sítím o velikosti 5 a 1,7 mm.
 - Spočte se % hmotn. zbytku o velikosti 5 mm a 1,7 mm.
 - Čím vyšší je % hmotn. materiálu o velikosti 1,7 mm, tím lepší je dezintegrace.
- b) V pračce podle následujícího způsobu:
- Dvě tablety o známé hmonosti a D.F.S. se vloží na dno pračky (tj. Bauknecht WA 950).
 - Na vršek tablet se vloží 3 kg směsné náplně.
 - Nechá se běžet krátký 30°C cyklus (program 4) s vodou z vodovodu.
 - Po 5 minutách se cyklus zastaví a zkontroluje se prací náplň, pokud jde o nerozpuštěné kousky tablet; tyto kousky se izolují, zváží a zaznamená se procento zbytku.

V jiném výhodném provedení podle předloženého vynálezu tablety dále obsahují efervescentní činidlo.

Efervescence je zde definována jako uvolňování bublinek plynu z kapaliny jako výsledek chemické reakce mezi zdrojem rozpustné kyseliny a uhličitanem alkalického kovu za vzniku plynného oxidu uhličitého,



Další příklady zdrojů kyselin a uhličitanu a další efervescentní systémy lze nalézt v *Pharmaceutical Dosage Forms: Tablets 1*, strana 287 až 291.

Efervescentní činidlo se může k tabletové směsi přidávat vedle detergentních složek. Přidání tohoto efervescentního činidla k detergentní tabletě zlepšuje dobu dezintegrace tablety.

Toto množství bude s výhodou mezi 5 a 20 % hmotn. a nejvýhodněji mezi 10 a 20 % hmotn. z hmotnosti tablety. Efervescentní činidlo by se s výhodou mělo přidávat jako aglomerát různých částic nebo jako zhutněná forma, nikoliv jako oddělené částice.

Vzhledem k plynu vytvořenému efervescencí v tabletě může mít tableta vyšší D.F.S. a stále ještě může mít stejnou dobu dezintegrace jako stejná tableta bez efervescence. Jestliže se D.F.S. tablety s efervescencí udržuje stejné jako u tablety bez efervescence, dezintegrace tablety s efervescencí bude rychlejší.

Čistící povrchově aktivní činidla: Mezi neomezující příklady povrchově aktivních činidel používaných typicky v množstvích od 1 do 55 % hmotn. užitečných podle vynálezu patří konvenční alkyl(s 11 až 18 atomy uhlíku)benzensulfonáty ("LAS"), primární, rozvětvené a náhodné alkyl(s 10 až 20 atomy uhlíku)sulfáty ("AS"), sekundární (2,3) alkyl(s 10 až 18 atomy uhlíku)sulfáty obecných vzorců

$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_x(\text{CHOSO}_3^-\text{M}^+)\text{CH}_3$ a $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_y(\text{CHOSO}_3^-\text{M}^+)\text{CH}_2\text{CH}_3$,
v nichž x a (y+1) znamenají alespoň číslo 7, s výhodou alespoň číslo 9, a M znamená ve vodě rozpustný kation, zvláště sodný kation, nenasycené sulfáty, jako je oleylsulfát, alkyl(s 10 až 18 atomy uhlíku)alkoxysulfáty ("AES", zvláště EO 1-7 ethoxysulfáty), alkyl(s 10 až 18 atomy uhlíku)alkoxykarboxyláty (zvláště EO 1-5 ethoxykarboxyláty), glycerolethery s 10 až 18 atomy uhlíku, alkyl(s 10 až 18 atomy uhlíku)polyglykosidy a jejich odpovídající sulfatované polyglykosidy a estery α -sulfonovaných mastných kyselin s 12 až 18 atomy uhlíku. Jestliže je to žádoucí, mohou být v konečných prostředcích zahrnuta také konvenční neiontová a amfoterní povrchově aktivní činidla, jako jsou alkyl(s 12 až 18 atomy uhlíku)ethoxyláty ("AE"), včetně tak zvaných alkylethoxylátů s úzkým maximem, alkyl(se 6 až 12 atomy uhlíku)fenolalkoxyláty (zvláště ethoxyláty a směsné ethoxy/propoxy), betainy a sulfobetainy ("sultainy") s 12 až 18 atomy uhlíku, aminoxidy s 10 až 18 atomy uhlíku a podobné. Také se mohou používat amidy mastných N-alkyl(s 10 až 18 atomy



uhlíku)polyhydroxykyselin. Mezi typické příklady patří N-methylglukamidy s 12 až 18 atomy uhlíku. Viz spis WO 9 206 154. Mezi další povrchově aktivní činidla odvozená od cukrů patří amidy mastných N-alkoxy-polyhydroxykyselin, jako jsou N-(3-methoxypropyl)glukamidy s 10 až 18 atomy uhlíku. Pro nízké pění se mohou používat N-propyl až N-hexyl-glukamidy s 12 až 18 atomy uhlíku. Mohou se používat také konvenční mýdla s 10 až 20 atomy uhlíku. Jestliže je žádáno vysoké pění, mohou se používat mýdla s 10 až 16 atomy uhlíku s rozvětveným řetězcem. Zvláště užitečné jsou směsi aniontových a neiontových povrchově aktivních činidel. Další konvenčně užitečná povrchově aktivní činidla jsou uvedena v seznamech ve standardních textech.

Stavební složky: V prostředcích mohou být kvůli regulaci minerální tvrdosti popřípadě zahrnuty detergentní stavební složky. Mohou se používat anorganické stejně jako organické stavební složky. Stavební složky se typicky používají v prostředcích pro praní látek proto, aby napomáhaly odstraňování příslušných ušpinění.

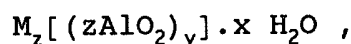
Množství stavební složky se může pohybovat v širokých mezích podle konečného použití prostředku. Mezi anorganické nebo atom dusíku obsahující detergentní stavební složky patří, bez omezení na ně, polyfosfáty (například trifosforečnany, difosforečnany a sklovité polymerní metafosforečnany) alkalických kovů a jejich amoniové a alkanolamoniové soli, fosfonáty, kyselina fytová, křemičitan, uhličitany (včetně hydrogen- a seskvi-uhličitany), sírany a hlinitokřemičitan. V některých oblastech jsou však vyžadovány bezfosfátové stavební složky. Je však důležité, že prostředky podle vynálezu fungují překvapivě dobře dokonce v přítomnosti tak zvaných "slabých" stavebních složek (při srovnání s fosfáty), jako je citrát, nebo v tak zvaných "podstavebních" situacích, které se mohou vyskytovat u zeolitových nebo vrstvených křemičitanových stavebních složek.

Příklady křemičitanových stavebních složek jsou křemičitan alkalických kovů, zvláště takové, které mají poměr SiO_2 :

:Na₂O od 1,6:1 do 3,2:1 a krystalické vrstvené křemičitany, jako jsou vrstvené křemičitany sodné popsané v USA patentu č. 4 664 839, H. P. Rieck, vydaném 12. května 1987. NaSKS-6 je obchodní značka krystalického vrstveného křemičitanu prodávaného firmou Hoechst (obvykle zkracovaného jako "SKS-6"). Na rozdíl od zeolitových složek, NaSKS-6 křemičitanová složka neobsahuje hliník. NaSKS-6 má delta-Na₂SiO₅ morfologickou formu vrstveného křemičitanu. Může se vyrábět takovými způsoby, jako jsou ty, které jsou popsány v SRN patentovém spisu A 3 417 649 a A 3 742 043. SKS-6 je vysoce výhodným vrstveným křemičitanem pro použití zde, ale mohou se zde používat i jiné vrstvené křemičitany, jako jsou křemičitany obecného vzorce NaMSi_xO_{2x+1}·y H₂O, kde M znamená atom sodíku nebo vodíku, x znamená číslo od 1,9 do 4, s výhodou 2, a y znamená číslo od 0 do 20, s výhodou 0. Mezi různé další vrstvené křemičitany od firmy Hoechst patří NaSKS-5, NaSKS-7 a NaSKS-11, jako alfa, beta a gama formy. Jak bylo shora uvedeno, nejvýhodnější pro použití podle vynálezu je delta-Na₂SiO₅ (NaSKS-6 forma). Užitečné mohou být také jiné křemičitany, jako je například křemičitan hořečnatý, který může sloužit jako pomocné činidlo při tvarování granulovaných prostředků, jako stabilizační činidlo kyslíkatých bělicích činidel a jako složka pro systémy regulace pění.

Příklady uhličitanových stavebních složek jsou uhličitaný alkalických kovů a alkalických zemin, jak jsou popsány v SRN patentové přihlášce 2 321 001, publikované 15. listopadu 1973.

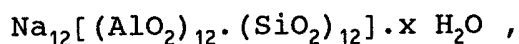
Pro tento vynález jsou užitečné hlinitokřemičitanové složky. Hlinitokřemičitanové složky jsou velice důležité v nejběžněji prodávaných vysokoúčinných granulovaných detergentních prostředcích. Mohou být významnou stavební složkou také v kapalných detergentních prostředcích. Mezi hlinitokřemičitanové složky patří sloučeniny obecného vzorce



v němž z a y znamenají alespoň číslo 6, molární poměr z k y je

v rozmezí od 1,0 do 0,5 a x znamená číslo od 15 do 264.

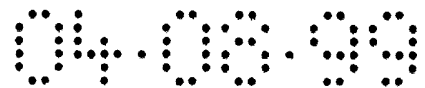
Užitečné křemičitanové ionexové materiály jsou komerčně dostupné. Tyto hlinitokřemičitany mohou mít krystalickou nebo amorfní strukturu a může jít o přirozeně se vyskytující nebo synteticky odvozené hlinitokřemičitany. Způsob výroby hlinitokřemičitanových ionexových materiálů je popsán v USA patentu 3 985 669, Krummel a spol., vydaném 12. října 1976. Výhodné syntetické krystalické hlinitokřemičitanové ionexové materiály užitečné podle vynálezu jsou dostupné pod označeními Zeolite A, Zeolite P (B), Zeolite MAP a Zeolite X. Ve zvláště výhodném provedení má krystalický hlinitokřemičitanový ionexový materiál obecný vzorec



v němž x znamená číslo od 20 do 30, zvláště 27. Tento materiál je znám jako Zeolite A. Mohou se zde používat také dehydratované zeolity (x znamená číslo 0 až 10). Hlinitokřemičitan má s výhodou velikost částic (průměr) od 0,1 do 10 μm .

Mezi organické detergentní stavební složky vhodné pro účely předloženého vynálezu patří, ale bez omezení na ně, rozmanité polykarboxylátové sloučeniny. Pojem "polykarboxylát", jak se zde používá, znamená sloučeniny s více karboxylátovými skupinami, s výhodou alespoň se třemi karboxyláty. Polykarboxylátová stavební složka se může obecně přidávat k prostředku v kyselé formě, ale může se přidávat také ve formě zneutralizované soli. Jestliže se používá ve formě soli, výhodnými jsou soli alkalických kovů, jako je sodná, draselná a lithná sůl, nebo alkanolamoniové soli.

Mezi polykarboxylátové stavební složky patří různé kategorie užitečných materiálů. Jedna důležitá kategorie polykarboxylátových složek zahrnuje etherové polykarboxyláty, včetně oxidisukcinátů, jak je popsáno v USA patentu 3 128 287, Berg, vydaném 7. dubna 1964, a USA patentu 3 635 830, Lambertí a spol.,

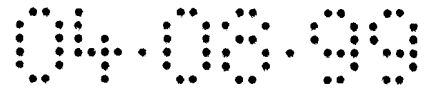


vydaném 18. ledna 1972. Viz také "TMS/TDS" stavební složky v USA patentu 4 663 071, Bush a spol., vydaném 5. května 1987. Mezi vhodné polykarboxyláty patří také cyklické sloučeniny, zvláště alicyklické sloučeniny, jako jsou ty, které jsou popsány v USA patentech č. 3 923 679, 3 835 163, 4 158 635, 4 120 874 a 4 102 903.

Mezi další užitečné detergentní stavební složky patří etherové hydroxypolykarboxyláty, kopolymery anhydridu kyseliny maleinové s ethylenem nebo vinylmethyletherem, 1,3,5-trihydroxybenzen-2,4,6-trisulfonová kyselina a karboxymethyloxyjantarová kyselina, různé soli polyoctových kyselin, jako je ethylendiamintetraoctová kyselina a kyselina nitriltriocetová, s alkalickým kovem, amoniakem a substituované amoniové soli těchto kyselin, a také polykarboxyláty, jako je kyselina melitová, kyselina jantarová, oxydijantarová kyselina, polymaleinová kyselina, kyselina benzen-1,3,5-trikarboxylová, karboxymethyloxyjantarová kyselina a jejich rozpustné soli.

Citrátové složky, např. kyselina citronová a její rozpustné soli (zvláště sodná sůl), jsou polykarboxylátovými složkami zvláště důležitými pro vysokoúčinné kapalné detergentní prostředky díky jejich dostupnosti z obnovitelných zdrojů a díky jejich biologické degradovatelnosti. Citráty se mohou používat také v granulovaných prostředcích, zvláště v kombinaci se zeolitem a/nebo vrstvenými křemičitanovými složkami. Zvláště užitečnými v těchto prostředcích a v jejich kombinacích jsou oxydisukcináty.

V detergentních prostředcích podle předloženého vynálezu jsou vhodnými také 3,3-dikarboxy-4-oxa-1,6-hexandioáty a podobné sloučeniny, které jsou popsány v USA patentu č. 4 566 984, Bush, vydaném 28. ledna 1986. Mezi užitečné stavební složky typu jantarové kyseliny patří alkyl a alkenyl (s 5 až 20 atomy uhlíku) jantarové kyseliny a jejich soli. Zvláště výhodnou sloučeninou tohoto typu je dodecenylijantarová kyselina. Mezi specifické příklady sukcinátových složek patří: laurylsukcinát, my-



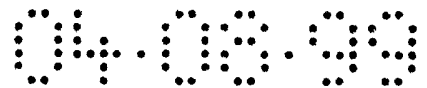
ristylsukcinát, palmylsukcinát, 2-dodecenylysukcinát (výhodný), 2-pentadecenylysukcinát a podobné. Laurylsukcináty, které jsou výhodnými složkami této skupiny a jsou popsány v evropské patentové přihlášce číslo 86200690.5/0 200 263, publikované 5. listopadu 1986.

Další vhodné polykarboxyláty jsou popsány v USA patentu 4 144 226, Crutchfield a spol., vydaném 13. března 1979, a v USA patentu 3 308 067, Diehl, vydaném 7. března 1968. Viz také USA patent číslo 3 723 322, Diehl.

Do prostředků se mohou zahrnout také mastné kyseliny, např. monokarboxylové kyseliny s 12 až 18 atomy uhlíku, samotné nebo v kombinaci se shora uvedenými stavebními složkami, zvláště citrátovými a/nebo sukcinátovými složkami, aby se získala další aktivita. Použití těchto mastných kyselin obvykle povede ke snížení pění, což by mělo být vzato v úvahu tím, kdo tyto prostředky sestavuje.

V situacích, kdy lze používat složky na bázi fosforu, a zvláště v prostředcích typu kostek pro ruční praní, se mohou používat různé fosfáty alkalických kovů, jako jsou dobře známé trifosforečnany sodné, di- a ortho-fosforečnan sodný. Lze používat také fosfonátové složky, jako je ethan-1-hydroxy-1,1-difosfonát a další známé fosfonáty (viz například USA patenty č. 3 159 581, 3 213 030, 3 422 021, 3 400 148 a 3 422 137).

Bělící činidla: Detergentní prostředky podle vynálezu mohou popřípadě obsahovat bělící činidla nebo bělící prostředky obsahující bělící činidlo a jeden nebo více bělících aktivátorů. Jestliže jsou přítomna, pak jsou bělící činidla typicky přítomna v množství od 1 do 30, typičtěji od 5 do 20 % hmotn. z hmotnosti detergentního prostředku, zvláště při praní látek. Jestliže jsou přítomny, potom jsou bělící aktivátory přítomny typicky v množství od 0,1 do 60, typičtěji od 0,5 do 40 % hmotn. z bělícího prostředku obsahujícího bělící činidlo a bělící aktivátor.



Bělícím činidlem, které se zde používá, může být jakékoliv bělicí činidlo užitečné pro detergentní prostředky pro čištění látek, pro čištění tvrdého povrchu nebo pro jiné čistící účely, které jsou nyní známy nebo budou známy. Patří sem kyslíkatá bělicí činidla stejně jako jiná bělicí činidla. Mohou se použít perboritanová bělicí činidla, např. perboritan sodný (např. mono- nebo tetra-hydrát).

Jiná kategorie bělicích činidel, která se může bez omezení používat, zahrnuje bělicí činidla typu perkarboxylových kyselin a jejich solí. Mezi vhodné příklady této skupiny činidel patří hexahydrát monoperftalátu hořečnatého, hořečnatá sůl m-chlorperbenzoové kyseliny, 4-nonylamino-4-oxopermáselná kyselina a diperdodekandiová kyselina. Tato bělicí činidla jsou popsána v USA patentu 4 438 781 Hartmana, vydaném 20. listopadu 1984, USA patentové přihlášce 740 446 Burnse a spol., podané 3. června 1985, evropské patentové přihlášce 0 133 354 Bankse a spol., publikované 20. února 1985, a USA patentu 4 412 934 Chunga a spol., vydaném 1. listopadu 1983. Mezi vysoce výhodná bělicí činidla patří také 6-nonylamino-6-oxoperkaprová kyselina, jak je popsáno v USA patentu 4 634 551 Burnse a spol., vydaném 6. ledna 1987.

Mohou se používat také perkyslíkatá bělicí činidla. Mezi vhodné perkyslíkaté bělicí sloučeniny patří perhydrát uhličitanu sodného a ekvivalentní "peruhličitanová" bělidla, perhydrát difosforečnanu sodného, perhydrát močoviny a peroxid sodný. Mohou se používat také persíranová bělidla (např. Oxone, komerčně vyráběný firmou DuPont).

Výhodné peruhličitanové bělidlo obsahuje suché částice s průměrnou velikostí částic v rozmezí od 500 μm do 1000 μm , ne více než 10 % hmotn. částic je menší než 200 μm a ne více než 10 % hmotn. částic je větší než 1250 μm . Peruhličitan může být popřípadě potažen křemičitanem, boritanem nebo ve vodě rozpustnými povrchově aktivními činidly. Peruhličitan je dostupný z různých komerčních zdrojů, jako je FMC, Solvay a Tokai Denka.



Mohou se používat také směsi bělicích činidel.

Perkyslíkatá bělicí činidla, perboritany, peruhličitany atd. se s výhodou kombinují s bělicími aktivátory, které vedou k in situ výrobě ve vodném roztoku (tj. během procesu praní) perkyseliny odpovídající bělicímu aktivátoru. Různé neomezující příklady aktivátorů jsou popsány v USA patentu 4 915 854 Maa a spol., vydaném 10. dubna 1990, a v USA patentu 4 412 934. Typické jsou nonanoyloxybenzensulfonátové (NOBS) a tetraacetyl-ethylendiaminové (TAED) aktivátory. Mohou se používat také jejich směsi. Viz USA patent 4 634 551 pro další zde užitečná typická bělidla a aktivátory.

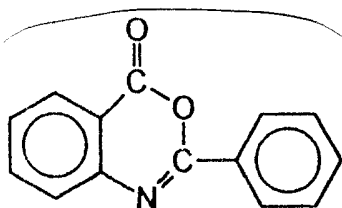
Vysoce výhodnými bělicími aktivátory odvozenými od amidů jsou sloučeniny obecných vzorců



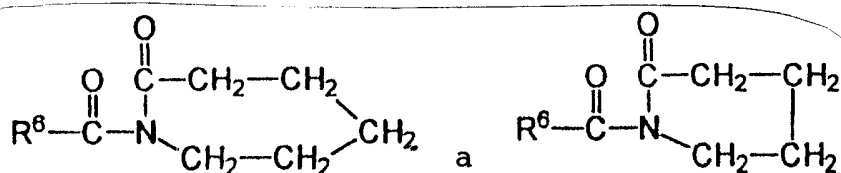
v nichž R^1 znamená alkylovou skupinu se 6 až 12 atomy uhlíku, R^2 znamená alkylenovou skupinu s 1 až 6 atomy uhlíku, R^5 znamená atom vodíku nebo alkylovou, arylovou nebo alkarylovou skupinu s 1 až 10 atomy uhlíku a L může znamenat jakoukoliv vhodnou odcházející skupinu. Odcházející skupinou je jakákoliv skupina, která se v bělicím aktivátoru substituuje jako důsledek nukleofilní ataku bělicího aktivátoru perhydrolyzujícími aniontem. Výhodnou odcházející skupinou je fenylsulfonát.

Mezi výhodné příklady bělicích aktivátorů shora uvedeného vzorce patří (6-oktanamido-kaproyl)oxybenzensulfonát, (6-nonanamidokaproyl)oxybenzensulfonát, (6-dekanamido-kaproyl)oxybenzensulfonát a jejich směsi, jak je popsáno v USA patentu číslo 4 634 551, který je zde zahrnut jako odkaz.

Jiná skupina bělicích aktivátorů obsahuje aktivátory benzoxazinového typu popsané Hodgem a spol. v USA patentu číslo 4 966 723, vydaném 30. října 1990, který je zde zahrnut jako odkaz. Vysoce výhodným aktivátorem benzoxazinového typu je

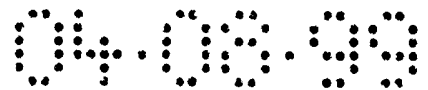


Mezi další skupinu výhodných bělicích aktivátorů patří acyllaktamové aktivátory, zvláště acylkaprolaktamy a acylvalerolaktamy obecného vzorce



v nichž R^6 znamená atom vodíku nebo alkylovou, arylovou, alkoxyarylovou nebo alkarylovou skupinu s 1 až 12 atomy uhlíku. Mezi vysoce výhodné laktamové aktivátory patří benzoylkaprolaktam, oktanoylkaprolaktam, 3,5,5-trimethylhexanoylkaprolaktam, nonanoylkaprolaktam, dekanoylkaprolaktam, undecenoylkaprolaktam, benzoylvalerolaktam, oktanoylvalerolaktam, dekanoylvalerolaktam, undecenoylvalerolaktam, nonanoylvalerolaktam, 3,5,5-trimethylhexanoylvalerolaktam a jejich směsi. Viz také USA patent 4 545 784 Sandersona, 8. října 1985, zahrnutý zde jako odkaz, který popisuje acylkaprolaktamy včetně benzoylkaprolaktamu, adsorbované v perboritanu sodném.

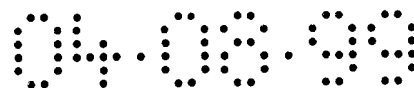
V oblasti techniky jsou známa a mohou se používat také jiná bělicí činidla než jsou kyslíkatá bělicí činidla. Mezi jeden z typů nekyslíkatého bělicího činidla zvláštního zájmu patří fotoaktivovaná bělicí činidla, jako jsou sulfonované ftalocyaniny zinku a/nebo hliníku. Viz USA patent 4 033 718 Holcombeho a spol., vydaný 5. července 1977. Jestliže se používají, detergentní prostředky typicky obsahují od 0,025 do 1,25 % hmotn. těchto bělicích činidel, zvláště ftalocyaninsulfonátu zinečnatého.



Jestliže je to žádoucí, mohou být bělicí sloučeniny katalyzovány manganatou sloučeninou. Tyto sloučeniny jsou dobře známy v oblasti techniky. Patří sem například katalyzátory na bázi manganu popsané v USA patentu č. 5 246 621, USA patentu 5 244 594, USA patentu 5 194 416, USA patentu 5 114 606 a ve spisech evropských patentových přihlášek číslo 549 271 A1, 549 272 A1, 544 440 A2 a 544 490 A1. Mezi výhodné příklady těchto katalyzátorů patří $Mn^{VI}_2(u-O)_3(1,4,7\text{-trimethyl-1,4,7-triazacyklononan})_2(PF_6)_2$, $Mn^{III}_2(u-O)_1(u-OAc)_2(1,4,7\text{-trimethyl-1,4,7-triazacyklononan})_2(ClO_4)_2$, $Mn^{IV}_4(u-O)_6(1,4,7\text{-triazacyklononan})_4(ClO_4)_4$, $Mn^{III}Mn^{IV}_4(u-O)_1(u-OAc)_2(1,4,7\text{-trimethyl-1,4,7-triazacyklononan})_2(ClO_4)_3$, $Mn^{IV}(1,4,7\text{-trimethyl-1,4,7-triazacyklononan})-(OCH_3)_3(PF_6)$ a jejich směsi. Mezi další bělicí katalyzátory na bázi kovu patří ty, které jsou popsány v USA patentu 4 430 243 a USA patentu 5 114 611. Je popsáno také použití manganu s různými komplexními ligandy pro zvýšení bělicí účinnosti, viz následující USA patenty číslo: 4 728 455, 5 284 944, 5 246 612, 5 256 779, 5 280 117, 5 274 147, 5 153 161 a 5 227 084.

Jako praktická věc, nikoliv jako omezení, prostředky a způsoby podle vynálezu mohou být upraveny tak, aby poskytly postupně alespoň jednu část na deset milionů částic účinného bělicího katalyzátoru ve vodném prací roztoku, s výhodou 0,1 až 700, výhodněji 1 až 500 ppm částic katalyzátoru v pracím roztoku.

Enzymy: V prostředcích podle vynálezu mohou být obsaženy enzymy kvůli různým účelům při praní látek včetně například odstraňování skvrn na bázi proteinů, sacharidů nebo triglyceridů, pro prevenci přenosu barviv a pro regeneraci látek. Mezi enzymy, které zde mají být zahrnuty, patří proteasy, amylasy, lipasy, celulasy, peroxidasy a jejich směsi. Mohou zde být zahrnuty také jiné typy enzymů. Mohou být jakéhokoliv vhodného původu, jako je rostlinný, živočišný, bakteriální, houbový a kvasinkový. Jejich výběr je ovlivněn několika faktory, jako je pH aktivita a/nebo optimální stabilita, tepelná stabilita, stabilita vůči účinným detergentním prostředkům, stavebním složkám



a podobně. V tomto směru jsou výhodné bakteriální nebo houbové enzymy, jako jsou bakteriální amylasy a proteasy a houbové celulasy.

Enzymy jsou v prostředcích obvykle obsaženy v dostatečných množstvích a to až 5 mg, typičtěji 0,01 mg až 3 mg aktivního enzymu na gram prostředku. Jinak řečeno, množství enzymů je typicky 0,001 až 5, s výhodou 0,01 až 1 % hmotn. z hmotnosti prostředku. Proteasové enzymy jsou obvykle v těchto komerčních prostředcích přítomny v množstvích dostatečných pro dosažení 0,005 až 0,1 AU (Ansonových jednotek) aktivity na gram prostředku.

Vhodnými příklady proteas jsou subtilisiny, které se získávají z příslušných kmenů *B. subtilis* a *B. licheniformis*. Jiná vhodná proteasa se získává z kmene *Bacillus*, má maximální aktivitu při pH v rozmezí od 8 do 12 a je vyvinuta a prodávána Novo Industries A/S pod obchodním označením Esperase. Příprava tohoto a analogických enzymů je popsána v britském patentovém spisu č. 1 243 784 firmy Novo. Mezi proteolytické enzymy, vhodné pro odstraňování skvrn na bázi peptidů, které jsou komerčně dostupné, patří proteasy prodávané pod obchodními názvy Alcalase a Savinase od Novo Industries A/S (Dánsko) a Maxatase od International Bio-Synthetics, Inc. (Holandsko). Mezi další proteasy patří proteasa A (viz evropská patentová přihláška č. 130 756, publikovaná 9. ledna 1985) a proteasa B (viz evropský patentový spis č. 87303761.8, podaný 28. dubna 1987, a evropská patentová přihláška 130 756, Bott a spol., publikovaná 9. ledna 1985).

Mezi amylasy patří například α -amylasy popsané v britském patentovém spisu 1 296 839 (Novo), Rapidase, International Bio-Synthetics, Inc., a Termamyl, Novo Industries.

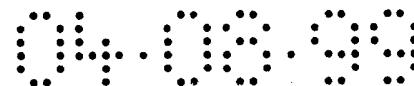
Mezi celulasy použitelné v předloženém vynálezu patří jak bakteriální tak plísňové celulasy. Jejich optimální pH bude s výhodou mezi 5 a 9,5. Vhodné celulasy jsou popsány v USA patentu 4 435 307 Barbesgoarda a spol., vydaném 6. března 1984,



který popisuje plísňovou celulasu produkovanou *Humicola insolens* a *Humicola* kmenem DSM1800 nebo celulasu 212 produkovanou plísní, která patří k rodu *Aeromonas*, a celulasu extrahovanou z hepatopankreasu *Dolabella Auricula Solander*. Vhodné celulasy jsou popsány také v britské patentové přihlášce A 2 075 028, v britské patentové přihlášce A 2 075 275 a A 2 095 275 a v SRN vykládacím spisu 2 247 832. Zvláště užitečná je Carezyme (Novo).

Mezi vhodné lipasové enzymy pro použití v detergentním prostředku patří enzymy produkované mikroorganismy skupiny *Pseudomonas*, jako je *Pseudomonas stutzeri* ATCC 19.154, popsáný v britském patentu 1 372 034. Viz také lipasy v japonské patentové přihlášce 53-20487, vyložené k veřejné prohlídce 24. února 1978. Tato lipasa je dostupná od Amano Pharmaceutical Co., Ltd., Nagoya, Japonsko, pod obchodním označením Lipasa P "Amano", která je zde dále označována jako "Amano-P". Mezi další komerční lipasy patří Amano-CES, lipasy extrahované z *Chromobacter viscosum*, např. *Chromobacter viscosum* var. *lipolyticum* NRRLB 3673, komerčně dostupná od Toyo Jozo Co., Tagata, Japonsko, další *Chromobacter viscosum* lipasy od U.S. Biochemical Corp., USA, a Diosynth Co., Holandsko, a lipasy z *Pseudomonas gladioli*. Výhodnou lipasou pro použití podle vynálezu je enzym Lipolase, odvozený od plísně *Humicola lanuginosa*, komerčně dostupný od Novo (viz také evropský patent 341 947).

Peroxidasové enzymy se používají v kombinaci se zdroji kyslíku, např. peruhličitanem, perboritanem, persíranem, peroxidem vodíku atd. Používají se jako "bělicí roztok", tj. pro zabránění přenosu barviv nebo pigmentů odstraněných ze substrátů během praní na jiné substráty v pracím roztoku. Peroxidasové enzymy jsou známy odborníkům z oblasti techniky. Patří mezi ně například křenová peroxidasa, ligninasa a halogenperoxidasa, jako je chlor- a brom-peroxidasa. Detergentní prostředky obsahující peroxidasu jsou popsány například v mezinárodní přihlášce PCT WO 89/099813, publikované 19. října 1989 O. Kirkem, firmy Novo Industries A/S.



Rozmanité enzymové materiály a prostředky pro jejich zahrnutí do syntetických detergentních prostředků jsou popsány také v USA patentu 3 553 139, vydaném 5. ledna 1971, McCartyho a spol. Enzymy jsou dále popsány v USA patentu 4 101 457 Placeho a spol., vydaném 18. července 1978, a v USA patentu 4 507 219 Hughese, vydaném 26. března 1985. Enzymové materiály užitečné pro kapalné detergentní prostředky a jejich zahrnutí do těchto prostředků je popsáno v USA patentu 4 261 868 Hory a spol., vydaném 14. dubna 1981. Enzymy pro použití v detergentních prostředcích se mohou stabilizovat různými způsoby. Způsoby stabilizování enzymů jsou popsány například v USA patentu 3 600 319, vydaném 17. srpna 1971, Gedgeho a spol., a v evropské patentové přihlášce 0 199 405, přihlášce č. 86200586.5 Venegase, publikované 29. října 1986, Venegas. Systémy pro stabilizaci enzymů jsou také popsány například v USA patentu číslo 3 519 570.

Mezi další složky, které se obvykle používají v detergentních prostředcích a které mohou být zahrnuty do detergentních tablet podle předloženého vynálezu, patří chelatační činidla, činidla uvolňující ušpinění, činidla působící proti zpětnému ukládání ušpinění, dispergační činidla, zjasňující činidla, potlačovatelé pění, avivážní činidla, činidla inhibující přenos barviv a parfémů.

Příklady provedení vynálezu

| | př. 1 | př. 2 | slouč. př. 3 | slouč. př. 4 |
|---|-------|-------|-----------------|-----------------|
| aniontové aglomeráty | 24,48 | 19,59 | 25,00 | 20,00 |
| neiontové aglomeráty | 5,40 | 4,32 | 5,53 | 4,42 |
| aglomeráty bělicího aktivátoru | 5,56 | 4,45 | 5,69 | 4,55 |
| zinečnatá sůl sulfonátu ftalocyaninu (v tobolkách) | 0,02 | 0,02 | 0,03 | 0,02 |
| potlačovatel pění | 3,15 | 2,52 | 3,23 | 2,58 |
| vysušený zeolit | 6,16 | 4,93 | 6,30 | 5,04 |

| | př. 1 | př. 2 | slouč. př. 3 | slouč. př. 4 |
|--|--------|--------|-----------------|-----------------|
| vrstvený křemičitan | 13,38 | 10,70 | 13,69 | 10,95 |
| aglomerát inhibitoru přenosu barviv | 0,12 | 0,09 | 0,13 | 0,10 |
| tobolky s parfém | 0,22 | 0,18 | 0,23 | 0,18 |
| neiontová rozprašovací pasta | 5,30 | 4,24 | 5,43 | 4,34 |
| fluorescenční činidlo | 0,25 | 0,20 | 0,26 | 0,21 |
| uhličitan sodný | 4,57 | 3,66 | 4,68 | 3,74 |
| peruhličitan sodný | 19,38 | 15,50 | 19,78 | 15,86 |
| sodná sůl HEDP | 0,77 | 0,62 | 0,79 | 0,63 |
| polymer uvolňující ušpinění | 0,17 | 0,14 | 0,18 | 0,14 |
| parfém | 0,32 | 0,25 | 0,33 | 0,26 |
| proteasa | 0,85 | 0,68 | 0,86 | 0,69 |
| celulasa | 0,24 | 0,19 | 0,25 | 0,20 |
| lipasa | 0,21 | 0,16 | 0,21 | 0,17 |
| amylasa | 0,68 | 0,55 | 0,70 | 0,56 |
| kyselina adipová | 7,88 | 7,88 | 6,70 | 6,70 |
| kompaktní efervescentní činidlo | - | 18,25 | - | 18,66 |
| dezintegrační činidlo Nymcel ZSB-16 | 0,88 | 0,88 | - | - |
| celkem | 100,00 | 100,00 | 100,00 | 100,00 |

Aniontové aglomeráty obsahují 38 % hmotn. aniontového povrchově aktivního činidla, 22 % hmotn. zeolitu a 40 % hmotn. uhličitanu.

Neiontové aglomeráty obsahují 26 % hmotn. neiontového povrchově aktivního činidla, 48 % hmotn. zeolitu a 26 % hmotn. uhličitanu.

Agglomeráty bělicího aktivátoru obsahují 81 % hmotn. TAED, 17 % hmotn. kopolymeru kyselina akrylová/kyselina maleinová (kyselá forma) a 2 % hmotn. vody.



Zinečnatá sůl sulfonátu ftalocyaninu obsahuje v tobolkách 10 % účinné složky.

Potlačovatel pění obsahuje 11,5 % hmotn. silikonového oleje (Dow Corning) a 88,5 % hmotn. škrobu.

Vrstvený křemičitan obsahuje 78 % hmotn. SKS-6, Hoechst, a 22 % hmotn. kyseliny citronové.

Aglomeráty inhibitoru přenosu barviv obsahují 21 % hmotn. PVNO/PVPVI, 61 % hmotn. zeolitu a 18 % hmotn. uhličitanu.

Parfém v tobolkách obsahuje 50 % hmotn. parfému a 50 % hmotn. škrobu.

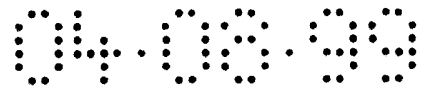
Neiontová rozprašovací pasta obsahuje 67 % hmotn. AE5 s 12 až 15 atomy uhlíku (alkohol s průměrně 5 ethoxyskupinami na molekulu), 24 % hmotn. amidu N-methylglukosy a 9 % hmotn. vody.

Efervescentní kompaktní činidlo obsahuje 54,5 % hmotn. hydrogenuhličitanu sodného a 45,5 % hmotn. kyseliny citronové.

Všechny sypké materiály z příkladu 1, s výjimkou sušeného zeolitu, byly spolu smíchány v míchacím bubnu za vzniku homogenní sypké směsi, během tohoto míchání byla provedeno postříkání. Po nastříkání byla směs smíchána s vysušeným zeolitem.

První serie tablet byla vyrobena následujícím způsobem: kolem 37,5 g směsi se zavede do hnětače kulovitého tvaru o průměru 4,5 cm a stlačí se silou 0,5 kN nebo 30 N/cm² za vzniku tablet o výšce 2,2 cm a hustotě kolem 1,1 g/cm³. Pevnost tablety v tahu byla 3,5 kPa.

Kyselina adipová byla v termostatické lázni zahřívána až na 170 °C za mírného míchání, dokud neroztaje. Za neustálého míchání bylo ke kyselině adipové přidáno dezintegrační činidlo Nymcel ZSB-16^(R) za vzniku suspenze. Tablety připravené shora



uvedeným způsobem se ponoří do kapaliny. Získá se tak konečná potažená tableta, která má celkovou hmotnost 41,1 g a pevnost v tahu 12,6 kPa.

Druhá řada tablet byla vyrobena zhutňovací silou 1 kN nebo kolem 65 N/cm^2 , takže se získají tablety o výšce 2,0 cm, hustotě $1,2 \text{ g/cm}^3$ a pevnosti v tahu 9,0 kPa.

Po potažení kyselinou adipovou měly tablety hmotnost 41,2 g a pevnost v tahu 21,2 kPa.

Třetí řada tablet byla vyrobena zhutňovací silou 1,5 kN nebo kolem 95 N/cm^2 , takže se získají tablety o výšce 1,9 cm, hustotě $1,3 \text{ g/cm}^3$ a pevnosti v tahu 12,9 kPa. Po potažení kyselinou adipovou měly tablety hmotnost 41,1 g a pevnost v tahu 31,5 kPa.

Příklad 2

Smíchání se provede způsobem popsaným v příkladu 1, po práškování se efervescentní granule přidají do míchacího bubnu a vyrobí se konečná směs.

Tabletování a potažení se provede podle způsobu popsaného v příkladu 1.

První řada tablet byla vyrobena zhutňovací silou 1 kN nebo kolem 63 N/cm^2 , takže se získají tablety o výšce 2,2 cm, hustotě $1,1 \text{ g/cm}^3$ a pevnosti v tahu 4,5 kPa.

Po potažení kyselinou adipovou měly tablety hmotnost 41,1 g a pevnost v tahu 14,4 kPa.

Druhá řada tablet byla vyrobena zhutňovací silou 1,5 kN nebo kolem 95 N/cm^2 , takže se získají tablety o výšce 2,2 cm, hustotě $1,2 \text{ g/cm}^3$ a pevnosti v tahu 8,5 kPa.

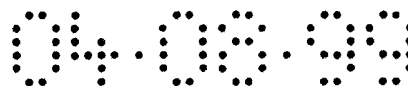
Po potažení kyselinou adipovou měly tablety hmotnost 41,1 g a pevnost v tahu 22,2 kPa.

Třetí řada tablet byla vyrobena zhutňovací silou 2,5 kN nebo kolem 160 N/cm^2 , takže se získají tablety o výšce 2,0 cm, hustotě $1,2 \text{ g/cm}^3$ a pevnosti v tahu 15,7 kPa.

Po potažení kyselinou adipovou měly tablety hmotnost 41,1 g a pevnost v tahu 31 kPa.

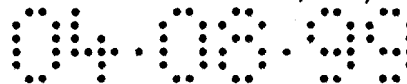
Ve srovnávacím příkladu 3 byl zopakován způsob z příkladu 1 ale bez dezintegračního činidla. Konečná pevnost v tahu tablet ze tří serií byla 6,5, 15,5, respektive 19,5 kPa.

Ve srovnávacím příkladu 4 byl zopakován způsob z příkladu 2 ale bez dezintegračního činidla. Konečná pevnost v tahu tablet ze tří serií byla 10,4, 14,5, respektive 21,3 kPa.



P A T E N T O V É N Á R O K Y

1. Detergentní tableta, která obsahuje jádro a potah, toto jádro je vyrobeno vylisováním sypkého materiálu, tento sypký materiál obsahuje povrchově aktivní činidlo a detergentní stavební složku, v y z n a č u j í c í s e t í m, že dále obsahuje dezintegrační činidlo a alespoň část z tohoto dezintegračního činidla je obsažena v potahu.
2. Detergentní tableta podle nároku 1, v y z n a č u j í c í s e t í m, že obsahuje dezintegrační činidlo, které je vybráno ze skupiny sestávající z přírodního škrobu, modifikovaného škrobu, předželatinizovaného škrobu, sodné soli glukonátu škrobu, sodné soli kroskarmylosy, krospovidonu, celulosy, karboxymethylcelulosy, kyseliny alginové, alginátu sodného, oxidu křemičitého, hlínky, agarové gumy, guarové gumy, gumy chlebovníku, gumy karaya, pektinu, tragantu, polyvinylpyrrolidonu, sojových polysacharidů, ionexových pryskyřic a jejich směsí.
3. Detergentní tableta buď podle nároku 1 nebo podle nároku 2, v y z n a č u j í c í s e t í m, že dále obsahuje efervescentní činidlo.
4. Detergentní tableta podle nároku 3, v y z n a č u j í c í s e t í m, že efervescentní činidlo znamená zdroj rozpustné kyseliny a uhličitan alkalického kovu.
5. Způsob výroby detergentní tablety, který sestává ze stupňů:
 - a) výroby jádra vylisováním sypkého materiálu, tento sypký materiál obsahuje povrchově aktivní činidlo a detergentní stavební složku,
 - b) aplikování potahovacího materiálu na jádro, při čemž potahovací materiál je ve formě taveniny, a
 - c) ponechání roztaveného potahovacího materiálu ztuh-



nout,
v y z n a č u j í c í s e t í m, že potahovací mate-
riál obsahuje dezintegrační činidlo.

6. Způsob výroby detergentní tablety podle nároku 5, v y -
z n a č u j í c í s e t í m, že potahovací materiál
nebo směs materiálů má teplotu tání od 40 do 200 °C.
7. Způsob výroby detergentní tablety, který sestává ze stup-
ňů:
 - a) výroby jádra vylisováním sypkého materiálu, tento
sypký materiál obsahuje povrchově aktivní činidlo a
detergentní stavební složku,
 - b) aplikování potahovacího materiálu na jádro, při čemž
potahovací materiál je rozpuštěn v rozpouštědle, a
 - c) ponechání rozpouštědla odpařit,v y z n a č u j í c í s e t í m, že potahovací mate-
riál obsahuje dezintegrační činidlo.

Zastupuje: