

(19)



SUOMI - FINLAND

(FI)

PATENTTI- JA REKISTERIHALLITUS

PATENT- OCH REGISTERSTYRELSEN

FINNISH PATENT AND REGISTRATION OFFICE

(10) **FI 832695 A7**

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

(21) Patentihakemus - Patentansökan - Patent application **832695**

(51) Kansainvälinen patenttiluokitus - Internationell patentklassifikation -
International patent classification
C01B

(22) Tekemispäivä - Ingivningsdag - Filing date **26.07.1983**

(23) Saapumispäivä - Ankomstdag - Reception date **26.07.1983**

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig - Available to the public **28.01.1984**

(43) Julkaisupäivä - Publiceringsdag - Publication date **12.06.2019**

(32) (33) (31) Etu oikeus - Prioritet - Priority

27.07.1982 FR 13065

28.04.1983 FR 07006

(71) Hakija - Sökande - Applicant

1 • Rhone-Poulenc Chimie, 25 Quai Paul Doumer, 92408 Courbevoie Cedex, RANSKA, (FR)

(72) Keksijä - Uppfinnare - Inventor

1 • Couffin, Frederic, TOWN UNKNOWN, RANSKA, (FR)

2 • Magnier, Claude, France, RANSKA, (FR)

(74) Asiamies - Ombud - Agent

Berggren Oy Ab, Antinkatu 3 C, 00100 Helsinki

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

Natriumtripolyfosfaatti, jolla on suuri hydrataationopeus ja pulverisoitava liuos.

Natriumtripolyfosfat med hög hydratiseringshastighet och en pulveriserbar lösning.

Natrium-tripolyfosfaatti, jolla on suuri hydratoitumisnopeus ja sitä sisältävä sumutettava liuos

Kyseessä oleva keksintö koskee natrium-tripolyfosfaattia, jolla on hyvin suuri hydratoitumisnopeus. Keksintö koskee myös pesuaineseoksia, jotka sisältävät sitä ja sumutettavia liuoksia, joista saadaan mainittuja seoksia sumuttamalla.

Tiedetään, että pesuaineiden valmistusmenetelmässä pyritään ensimmäisessä vaiheessa muuttamaan vedetön natrium-tripolyfosfaatti (TPP) mahdollisimman kvantitatiivisesti natrium-tripolyfosfaatin heksahydraatiksi pesuaineen vesiliuoksessa, jossa on muita pesulipeän aineosia.

Tästä ensimmäisestä vaiheesta saatu liuos sumutetaan sen jälkeen sumutustornissa ja tuloksena on jauhemainen lipeä. Tämä vedettömän TPP:n kvantitatiivinen muuttaminen TPP-heksahydraatiksi on välttämätön, jotta pesuaineen käyttäjät välttyisivät hankalalta paakkujen muodostumiselta ja liialliselta kuumuuden kehittymiseltä, mikä olisi tuloksena vedettömän TPP:n epätäydellisestä hydratoitumisesta.

TPP:n kaikkien halutuin ominaisuus on siis, että se voidaan hydratoida niin nopeasti ja niin kvantitatiivisesti kuin mahdollista.

Toiseksi tärkein ominaisuus on sellainen viskositeetti, joka sallii tehtävän tästä TPP:stä liuosta, joka voidaan pumpata ja sumuttaa.

Nämä hydratoitumisominaisuudet liittyvät läheisesti TPP:n laatuun (pyrofosfaatin ja polyfosfaatin pitoisuus), samoin kuin muihin karakteristisiin ominaisuuksiin kuten granulometriaan, ensimmäisen vaiheen pitoisuuteen ym.

Kun kyseessä on TPP, josta on tarkoitus valmistaa pesujauhetta sumuttamalla, TPP:n valinta kohdistuu tavallisesti sellaisiin TPP:iin, jotka sisältävät suuren pitoisuuden vaihetta II, jolloin voidaan vähentää viskositeettiä, valittavasti kuitenkin hydratoitumisnopeuden kustannuksella.

Ranskalaisessa

HAKE

2

Eurooppalaisessa patenttihakemuksessa 81 13221 (EP 70 216) heinäkuun 6 päivältä 1981, tehdään selkoa menetelmästä, jossa käsitellään termisesti ja/tai kemiallisesti dispergoituvaa, juoksevaa kuten nestemäistä faasia dispergoivan kaasufaasin avulla, ja menetelmä on tunnettu siitä, että kaasufaasin avulla, peräkkäin ja keskeytyksittä:

- a) muutetaan dispergoituva faasi hiukkasvolyyymien dispersioksi, kuten hyvin hienoiksi, kiinteiksi tai nestemäisiksi hiukkasiksi, jotka ovat lähes tasaisesti jakautuneina maittutuun kaasufaasiin niin, että saadaan näiden kahden faasin, dispergoituvan ja dispergoivan systemaattisen homogeeninen seos;
- b) kohdistetaan tähän dispersioon flash-käsittely mäntätyyppisessä virtausalueessa;
- c) kohdistetaan alueelta b) tulevaan dispersioon alueella, jossa virtaus on homogeenistä viipymisajan suhteen, käsittely, joka on samalla sekä lähes isoterminen että kemiallisesti homogeeninen.

Ranskalaisessa patenttihakemuksessa 81 13223 on ~~vaadittu~~ patenttia uudelle natriumortofosfaatille, jossa suhde Na/P on lähes 5/3, ja joka esiintyy yhdessä ainoassa kiteisessä faasissa ja jonka röntgensädespektri on karakteristinen ja uusi.

Tällaista ainetta on voitu saada soveltamalla edellä selostettua menetelmää erikoisissa spesifisissä olosuhteissa.

Tarkemmin sanottuna voidaan sanoa, kuten ranskalaisessa patenttihakemuksessa 81 13221 heinäkuun 6 päivältä 1981 esitetään vaatimus, uutta tripolyfosfaattia, joka ei muodosta paakkuja sekottamattomassa väliaineessa.

Tässä TPP:ssä ei ole edullisesti liukenemattomia aineosia. Sen käyttäytyminen on yllättävää, mitä tulee liukoisuuteen, kun otetaan huomioon faasin I pitoisuus ja sen granulometria.

Tutkimukset ovat osoittaneet, että on mahdollista saada myös hyvin suuren hydratoitumisnopeuden omaavaa TPP:tä, josta voidaan saada liuoksia, jotka voidaan pumpata ja sumuttaa menetelmän avulla, jossa;

- a) valmistetaan mono- ja dinatrium-ortofosfaattien liuos, jossa kokonaismoolisuhde Na/P on välillä 1,64 - 1,70.
- b) muodostetaan symmetrinen pyörrekuiluvirtaus kuuman kaasufaasin avulla, jonka liikemäärä on suuri,
- c) lisätään ortofosfaattien liuosta, joka on valmistettu a) kohdassa alueelle, joka on alipaineessa mainittuun pyörrekuilu-virtaukseen nähden siten, että aikaansaadaan mainittujen ortofosfaattisten liuosten dispergoituminen ja terminen käsittely kaasufaasin avulla ja saadaan tripolyfosfaattia.
- d) suoritetaan kohdassa c) saadulle aineelle terminen täydennyskäsittely.

Käytännössä on liikemäärien suhde kaasun ja nestefaasien välillä yli 100, etupäässä välillä 100 - 10 000.

Lähtöaineliuoksen lisäysnopeus on edullisesti heikko ja mieluummin alle 10 m/s.

Kaasufaasin paine on myös mieluummin heikko, alle 10^5 Pa.

Lähtöaineliuos saadaan edullisesti neutraloimalla H_3PO_4 :ää kosteamenetelmällä NaOH:n avulla, ja happo on etukäteen puhdistettu uuttamalla liuottimen avulla, tai sitä ei ole puhdistettu. Voidaan käyttää myös termisellä menetelmällä saatua happoa.

Kuten edellä on mainittu, on tämän liuoksen moolisuhde Na_2O/P_2O_5 välillä 1,64 - 1,70. Lähtöliuos sisältää 15 % - 55 % kuivauutetta (paino-%).

Liuoksen käsittelylämpötila on c) kohdassa välillä 300-450°C.

Saadulle TPP:lle suoritetaan terminen lisäkäsittely kohdassa d) lämpötilavälillä 400-500°C joko pidentämällä aluetta c) tai suorittamalla se erillisessä alueessa.

Jos terminen lisäkäsittely suoritetaan aluetta c) pidentämällä eli jatkuvana, on käsittelyaika edullisesti 0,5-10 s.

Jos lisäkäsittely suoritetaan ei-jatkuvana, on kesto aika edullisesti välillä 1-60 min.

Keksinnön mukaisen menetelmän avulla saadaan yllättävällä tavalla tuotetta, jossa kumuloituvat ominaisuudet, joita tähän asti on pidetty toisilleen vastakkaisina, nimittäin heikko viskositeetti, vaiheen II hyväksi tunnustettu ominaisuus ja nopea hydratoituminen, vaiheen I pääominaisuus.

Voidaan siis katsoa, että aine on itsessään uusi, ja että se kumuloi näiden kahden faasin edut, jotka ovat tunnettuja ja käytettyjä tähän päivään asti, ja että se edustaa jopa laatutasoja, jotka ovat korkeammalla kuin kahden erillisen faasin I ja II summa.

Vaikka tällä hetkellä ei pystytä selittämään syitä, on tämän

aineen reologinen käyttäytyminen hyvin erilainen kuin tähän asti tutkittujen TPP:iden vaikka itse rakenne vastaa faasin I rakennetta, kuten röntgensäteiden avulla on saatu selville.

Mutta tiedetään, että käyttäytyminen ei ole riippuvainen yksinomaan TPP:stä, vaan myös muista aineosista, joita on pesuainereseptien seoksessa.

Resepti käsittää erikoisesti pinta-aktiivisia aineita, joilla on pesuainefunktio. Niistä ovat ei-ioniset pinta-aktiiviset aineet kaikkein vaativimpia, erikoisesti viskositeetin suhteen, kuten TPP on faasin I tyyppiä.

On saatu kuitenkin selville, että on mahdollista saada liuoksia hienojakoista sumutusta varten, joissa on heikko viskositeetti jopa pinta-aktiivisten aineiden läsnäollessa, joilla on anioninen tai ei-ioninen luonne.

Keksintö koskee siis pesuaineseosta, josta saadaan sumutettava liuos, joka perustuu natrium-tripolyfosfaattiin, jonka hydratoitumisnopeus on suuri, ja joka sisältää pinta-aktiivisia aineita ja erikoisesti ei-ionisia pinta-aktiivisia aineita.

Keksinnön mukainen sumutettava liuos sisältää edullisesti painoprosenteissa:

- 10 - 40 % natrium-tripolyfosfaattia laskettuna vedettömänä
- 1 - 20 % pinta-aktiivisia aineita
- 10 - 30 % erilaisia yhdisteitä (silikaatteja, sulfaatteja, saippuonia ja erilaisia apuaineita)
- 20 - 60 % vettä.

Pinta-aktiiviset aineet ovat tyypiltään anionisia kuten natrium-dodekylibentseenisulfonaatti (eli LAB) tai ei-ionisia kuten suoraketjuiset etoksyyliiryhmiä sisältävät alkoholit, kuten esimerkiksi C_{11} - C_{18} -etoksyylialkoholit, joissa on 6-50 moolia oksietyleeniä.

Keksinnön mukaista tripolyfosfaattia voidaan käyttää myös n.s. co-builderina (pesuaineen lisäaineksena), ja sitä voidaan yhdistää erikoisesti ~~seoliitti~~ A-tyypin kanssa.

Tässä tapauksessa on vaikeutena välttää TPP:n hydrolyysi liuoksen kuivumisen aikana sumutuksessa.

On havaittu, että TPP:n hydrolyysiasete faasissa II silloin, kun läsnä on ~~seoliittia~~, on tavallisesti pienempi kuin TPP:n hydrolyysiasete vaiheessa I.

Keksinnön mukaisen TPP:n käyttäytyminen lähentää sitä faasiin II, mikä vahvistaa edellä sanottua.

Erään toteutumumuodon mukaan voidaan seoksessa korvata 25-75 painoprosenttia TPP:tä natriumtseoliitilla, joka on tyyppiä A tai 13 X.

Keksinnön mukainen menetelmä voidaan suorittaa laitteessa, joka on ranskalaisten patenttien n:o 2 257 326, 2 419 754 ja 2 431 321 mukainen.

Voidaan suorittaa myös esidispergointi (FR 80 17960) ja/tai kemiallinen käsittely yhtäaikaaisesti (FR 80 464).

Keksinnön mukaisella tuotteella voi olla erilaisia käyttötapoja, mutta se on erikoisen merkille pantava yhtäältä suuren hydratoitumisnopeutensa ja toisaalta sen seikan ansiosta, että siitä saadaan liuoksia, joita voidaan pumpata ja sumuttaa.

Hydratoitumisnopeus voidaan saada selville kahdella eri tavalla:

a) N.s. ROH-testin avulla seuraavasti:

200 cm³ tislattua, kiehuvaa vettä pannaan Dewar-maljaan, joka sisältää 50 g vedetöntä Na₂SO₄:ää. Seosta sekoitetaan

mekaanisesti potkurin avulla, joka pyörii 900 kierr./min.

Kun lämpötila on noussut 80°C:een, lisätään 150 g testattavaa TPP:tä 5 s kuluessa. Sitten mitataan lämpötilan kehitys.

b) Hydratoitumisasteen mittaust:

Muodostetaan 350 g vertailuliuosta, jossa on 55 % kuivaainetta, jonka kokoomus on seuraava:

	<u>% liuoksesta</u>
D.D.B. Na-sulfonaatti	9
Na-steaaraatti	1,5
Na-R-silikaatti	2,5
vedetön Na-sulfaatti	11
STPP	31
vesi	<u>45</u>
YHTEENSÄ	100,00

Sekoitetaan sulfoni- ja stearihapot, jotka neutraloidaan kylmänä 10-prosenttisella kaustisella soodalla.

Saippuoittamisen jälkeen lisätään laimennettua natriumsilikaattia, sitten natriumsulfaattia ja lämpötila säädetään 80°C:een. Kun lämpötila on noussut 80°C:een lisätään TPP. (Tästä hetkestä alkaen tutkitaan liuoksen käyttäytymistä menetelmillä, jotka esitetään seuraavassa).

Liuoksen valmistamisen aikana otetaan näytteitä, joista tutkitaan TPP:n hydratoitumisaste (% TPP-hydraattia laskettuna koko läsnä olevasta TPP:stä).

Näytteen hydratoituminen lakkautetaan ajan "t" 20 min. jälkeen dispergoimalla näyte heti seokseen alkoholi-formamidi (50/50).

Sen jälkeen poistetaan pinta-aktiivisen aineen osa käsittelemällä useita kertoja alkoholilla ja suodattamalla sintra-
tun lasin läpi.

Sitten määrätään TPP:n ei-hydrattu fraktio panemalla se uudelleen veteen, poistetaan ylimäärä vettä tuuletus-uunissa ja punnitaan uudelleen täysin hydrattu näyte.

Ilmoitetaan myös aika, joka tarvitaan aikaansaamaan 100 %:n hydratoituminen. Mitataan lämpötilan nousu hydratoitumisen aikana. Tämä lämpötilan nousu (ΔT) tarkoittaa lämpötila-eroa täydellisen hydratoitumisen jälkeen; δT :llä merkitään lämpötilaeroa, joka havaitaan ajankohtana t .

Liuoksen viskositeetin määrittäminen

Vertailuliuoksen viskositeetin kehitystä seurataan sen valmistuksen aikana rekisteröimällä ampeeriarvoja tai jännitevaihteluja moottorissa, joka käyttää sekoittajaa.

Sekoittajan pyörimisnopeus pidetään vakiona, joko 300 kierr./min. tai 750 kierr./min.

Tämä ampeeriarvo tai jännite ovat verrannollisia viskositeettiin ja ampeeriarvojen tai jännitteiden vaihtelujen rekisteröimisen avulla voidaan siis todeta viskositeetin kasvaminen ajan kuluessa ja erikoisesti saada selville maksimaalisen viskositeetin saavuttamiseen tarvittava aika.

Seuraavissa esimerkeissä on käytetty AXEM jatkuva-virta moottoria Electro Mécanique yhtiöstä, tyyppiä F 12 M 4, antoteho 240 W.

Keksinnön mukaisella tripolyfosfaatilla on ROH, 1 min, edullisesti yli 90°C , ja etupäässä ainakin 95°C , jolloin liuosten viskositeetti on sellainen, että se sallii pumppauksen ja sumutuksen, eli viskositeetti on alle 1,5 ja etupäässä 1,2 mPa edellä selostetun testin mukaan tai alle 150 mV, etupäässä 120 mV.

Seuraava esimerkki on annettu asian valaisemista varten, eikä mitenkään rajoittaen. Käytetty laite on esitetty kaavamaisesti mukaan liitetyssä piirustuksessa. Siinä on dispersiopää 1, kaksoiskartiovastaanotin 2 ja sykloni 3. Päässä on rei'itetty kori 4, joka rajoittaa renkaan muotoisen tilan 9, johon aukeaa tangentiaalinen sisääntuloaukko 5. Tässä tilassa voidaan toteuttaa symmetrinen pyörrekuiluvirtaus aukkojen 6 sekä kaulaosan 7 ansiosta. Käsiteltävä faasi tulee sisään aksiaalisen johdon 8 kautta siten, että se johdetaan aina pyörrekuilun alipainealueelle eli kaksoiskartioisen osan 2 sisään.

Käsittelykaasut tuodaan kuumina renkaan muotoiseen tilaan.

d) kohdan terminen käsittely suoritetaan laitteessa, jota ei ole esitetty kuvassa, ja joka muodostuu putkimaisesta uunista erillisen työskentelyvaiheen aikana.

Esimerkissä annetut TPP:t on saatu lähtemällä teknistä laatua olevasta ortofosfaattiliuoksesta (happo on peräisin malmin syövytyksestä H_2SO_4 :llä, neutraloitu ja suodatettu).

1) TPP:n valmistaminen

Liuos, joka sisältää 19,6 % P_2O_5 , 14,2 % Na_2O ($Na/P = 1,66$) ja seuraavia epäpuhtauksia (Na_2SO_4 : 2,8 % ; NaF : 0,2 % ; SiO_2 : 0,14 % ; $NaCl$: 0,3 % ; Ca : 400 miljoonasosaa ; Mg : 400 miljoonasosaa ; metalli-epäpuhtauksien summa : 1000 miljoonasosaa) sumutetaan $930^{\circ}C$:een kuumennetun ilmavirran avulla, jonka virtausnopeus on $50 \text{ Nm}^3/\text{h}$. Liuoksen virtausnopeus säädetään siten, että saadaan kaasujen ja tuotteen lähtölämpötilaksi $450^{\circ}C$.

Tähän tuotteeseen, joka on pääasiallisesti TPP:n muodossa (TPP N:o 1) kohdistetaan lisäkuumennus putkimaisessa uunissa $500^{\circ}C$:ssa 10 min. ajan (TPP N:o 2).

Taulukossa on esitetty TPP n:o 1:n ja n:o 2:n tyypilliset kemialliset ominaisuudet samoin kuin kaupallisen TPP:n, joka on laadultaan identtistä kiertouunissa lämpötilassa 450°C saadun kanssa (TPP n:o 3), ja joka on pantu uudestaan uuniin 500°C:een (TPP n:o 4).

Taulukko I

	Menetelmä	$\frac{\phi I}{\phi I + \phi II}$	Pyro %	Poly %	TPP %
TPP n:o 1	TPP n:o 1	17	30	1	69
TPP n:o 2	TPP n:o 1 otettu uudelleen uuniin 500°C:een	87	2	0	98
TPP n:o 3	TPP (kierto-uuni)	20	3	0	97
TPP n:o 4	TPP n:o 3 otettu uudelleen uuniin 500°C:een	77	2	0	98

ϕ = faasi

2) TPP:n esihydratointi

Nämä neljä TPP:tä esihydratoidaan ennen testejä identtisellä tavalla veden sumutuksen avulla siten, että häviö 350°C:ssa on noin 1,5 %.

Esimerkki I

Taulukkoon II on koottu saadut tulokset.

Taulukko II

TPP:n N:o	ROH 1 min	ROH 5 min	ΔT °C	Hydratoitumis- aste 20 min jälkeen	Aika, joka tarvi- taan 100 %:n hydratoitumisen saavuttamiseen	Maksimaalinen viskositeetti D maks (mA)	D maks:la varten tar- vittava aika
1	85	87	6	60	> 2 h	0,12	> 2 h
2	95	95,8	12,5	100	13 min	1,06	< 5 min
3	83,5	90,1	4,8	70	70	0,88	50
4	93	93,7	10	98	30	1,56	15

TPP N:o 1:llä on heikko hydratoitumisnopeus, sen viskositeetti on alhainen.

Hydratoitumisnopeus nousee selvästi termisen lisäkäsittelyn ansiosta, joka suoritetaan 500°C:ssa keksinnön mukaisesti (TPP N:o 2).

Se on suurempi kuin niillä TPP:illä, jotka on saatu kierto-uunissa huolimatta siitä, ovatko ne saaneet samaa lisäkäsittelyä vai eivät.

Todetaan, että liuoksen viskositeetti, jossa on käytetty TPP N:o 2:ta, on noussut.

Kuitenkin tämä viskositeetti pysyy sellaisessa arvossa, joka sallii liuoksen pumppauksen ja sumutuksen.

Jos verrataan nimenomaan TPP N:o 4:n kanssa todetaan, että käsittely, joka sille on suoritettu TPP N:o 3:een nähden, on nostanut ROH:ta, faasin 1 pitoisuutta, hydratoitumisastetta, mutta viskositeetti tulee sellaiseksi, että sen käyttö on mahdotonta, vaikka sen faasin I pitoisuus on alhaisempi kuin keksinnön mukaisen tuotteen.

Esimerkki 2

Käyttäen TPP N:o 2:ta valmistetaan seuraava väliaine:

Vedetön TPP	37,5 %
Na ₂ SO ₄ , vedetön	12,5 %
Vesi	50 %

Käytetään samaa laitetta kuin edellä, mutta kierrosnopeudella 750 kierr./min, ja seurataan jännitteen kehitystä, mikä vastaa liuoksen viskositeetin kehitystä ja lämpötilan nousua.

Kuten voidaan nähdä seuraavasta taulukosta, havaitaan keksinnön mukaista TPP:tä käytettäessä nopea viskositeetin kasvu 1 min kuluttua, sen jälkeen viskositeetin lasku arvoon, joka on selvästi alle kaupallisen TPP:n (5 ja 6), ja kemialliselta puhtaudeltaan identtinen TPP N:o 3:n ja N:o 4:n kanssa mutta faasien pitoisuudet erilaiset.

Taulukko III

TPP	Faasi I	Viskositeetti mV						δT	
		Maksi- maalinen	1 min	2 min	5 min	10 min	Stabili- soituminen	OC	Min
n:o 2	87	64 l min kuluttua	64	30	22	23	24	12 10	1 min 5 min
n:o 5	0	74 3,5 min kuluttua	37	-	70	70	70	8 13	1 min 5 min
n:o 6	31	91 10 min kuluttua	29	-	90	91	91	9 12	1 min 5 min

$$\text{Faasi I} = \frac{\phi I}{\phi I + \phi II} \times 100$$

Voidaan ajatella, että tämä epätavallinen käyttäytyminen: äkillinen viskositeetin nousu, joka liittyy välittömästi lämpötilan äkilliseen nousuun, johtuisi TPP=kiteiden 6 H₂O muodostumisesta, jotka voimakkaan leikkaamisen vaikutuksesta kokisivat morfologiassaan muutoksen, mitä seuraa välittömästi hyvin notkeasti juokseva liuos.

Esimerkki 3

Tämän esimerkin tarkoituksena on osoittaa ei-ionisen pinta-aktiivisen aineen vaikutus, jotta lähestyttäisiin kaikkein vaativimpia olosuhteita, joita voi kohdata pesuainereseptien valmistuksessa.

Väliaine N:o 1

TPP	31	%
Vedetön silikaatti moolisuhde (Rm=2)	2,5	%
Na ₂ SO ₄	20,0	%
H ₂ O	45	%
Ei-ioninen aine		
C= 18		
Oksietyleeniryhmä: 8	1,5 % eli	$\frac{\text{ei-ioninen aine}}{\text{TPP}} \sim 5 \%$

Käytetään samaa testiä kiertonopeudella 750 kierr/min, samoja tuotteita käyttäen.

Taulukko IV

TPP	Faasi I	Maksimaalinen viskositeetti	Viskositeetti, mV			Stabilisoituminen	δ T Maksi- maalinen
			1 min	5 min	10 min		
n:c 2	87	100 13,5 min kuluttua	35	70	93	100	13 1 min kuluttua
n:o 5	0	95 7,5 min kuluttua	18	51	79	77	3 7,5 min kuluttua
n:o 6	31	91 9 min kuluttua	21	46	83	80	3 7 min kuluttua

$$\text{Faasi I} = \frac{\phi I}{\phi I + \phi II} \times 100$$

Ei-ionisen aineen konsentraation vaikutuksen osoittamista varten otetaan TPP N:o 2:ta samaan reseptiin, johon otetaan 4 % ei-ionista ainetta, eli suhde

$$\frac{\text{ei-ioninen aine}}{\text{TPP}} = 12,9 \%$$

ja vähennetään sulfaatin määrä 17,5 %:iin.

Tässä väliaineessa N:o 2 saadaan sama hydratoitumisnopeus ja maksimaalinen viskositeetti 108 mV 16 min kuluttua, mikä on hieman korkeampi kuin väliaineen n:o 1, mutta joka vastaa yhä helposti sumutettavaa liuosta.

Jos lasketaan sekoitusnopeutta 300 kierrokseen/min (heikko leikkaaminen) tätä samaa reseptiä varten, saadaan maksimaaliseksi viskositeetiksi 110 15 min kuluttua eli ekvivalenttinen.

Esimerkki 4

Tämän esimerkin tarkoituksena on osoittaa keksinnön mukaisen TPP:n parantaminen yhdistettynä tseoliitti 4 A:n kanssa, joka on pesuaineen apuaineena.

Käytetään TPP N:o 2:ta ja kaupallista tseoliitti 4 A:ta, jossa hiukkasten läpimitta on 3 µm seuraavassa väliaineessa:

- vesi	100 g
- ei-ioninen aine	1 %
- C = 17	
- OE = 25	
- TPP, joka esihydrattu 1,5 %	25 g
- tseoliitti	25 g
- natriumsulfaatti	17 g

Väliaineen lämpötila nostetaan 70°C:een 30 min ajaksi ; tämä liuos sumutetaan sen jälkeen erilaisissa lämpötiloissa, jotka merkitsevät saadussa TPP:ssä joko yksinkertaista kuivausta (TPP 6 H₂O) tai ylikuivausta, mikä vastaa 4 moolia jäännös-

vettä/moolia kohti alkuperäistä TPP:tä.

Taulukko V

TPP	Hydrolyysiaste (tai palautuminen)	
	Kuivaus	Ylikuivaus
TPP [*] , joka sisältää 87 % faasia I, joka ei ole keksinnön mukainen + tseoliittia	16 %	61 %
Keksinnön mukainen TPP N:o 2 + tseoliitti	12 %	35 %

* Tämä TPP on saatu kalsinoimalla uunissa lämpötilassa 520°C TPP N:o 6:tta.

Nämä esimerkit osoittavat siis, että huolimatta siitä, mikä on hydratointiväliaine, joko pinta-aktiivisten aineiden kanssa tai ilman, tai mikä on pinta-aktiivisten aineiden laatu ja leikkauksen voimakkuus, keksinnön mukaisella TPP:llä on suuri hydratoitumisnopeus ja samanaikaisesti sellainen reologia, että se voidaan vaikeuksitta sumuttaa.

Patenttivaatimukset

1. Menetelmä, jonka avulla saadaan natrium-tripolyfosfaattia, jonka hydratoitumisnopeus on suuri, t u n n e t t u siitä, että
 - a) valmistetaan mono- ja dinatrium-ortofosfaattien liuos, jossa kokonaismoolisuhde Na/P on välillä 1,64 - 1,70,
 - b) muodostetaan pyörrekuiluvirtaus kuumen kaasufaasin kanssa, jolla on suuri liikemäärä;
 - c) tuodaan kohdassa a) valmistettua ortofosfaattien liuosta mainitulle pyörrekuiluvirtauksen alipainealueelle siten, että aikaansaadaan mainitun ortofosfaattien liuoksen dispergoituminen ja terminen käsittely kaasufaasin avulla, jolloin saadaan tripolyfosfaattia;
 - d) pannaan kohdassa c) saatu tuote termiseen täydennyskäsittelyyn.

2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että terminen täydennyskäsittely suoritetaan jatkuvana 0,5 - 10 s ajan.

3. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että terminen täydennyskäsittely suoritetaan ei-jatkuvana 1 - 60 min ajan.

4. Jonkin patenttivaatimuksen 1 ja 3 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että kohdan c) mukainen käsittely tapahtuu lämpötilavälillä 300-450°C.

5. Jonkin patenttivaatimuksen 1 ja 3 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että kohdan d) mukainen käsittely tapahtuu lämpötilavälillä 400-500°C.

6. Natrium-tripolyfosfaatti, jonka ROH 1 min on > 90°C, etupäässä ainakin 95°C, t u n n e t t u siitä, että sitä saadaan jonkin patenttivaatimuksen 1 - 5 mukaisen menetelmän avulla.

7. Patenttivaatimuksen 6 mukainen natrium-tripolyfosfaatti, t u n n e t t u siitä, että sen viskositeetti on alle 1,5, etupäässä 1,2 mÄ tai 150, etupäässä 120 mV.

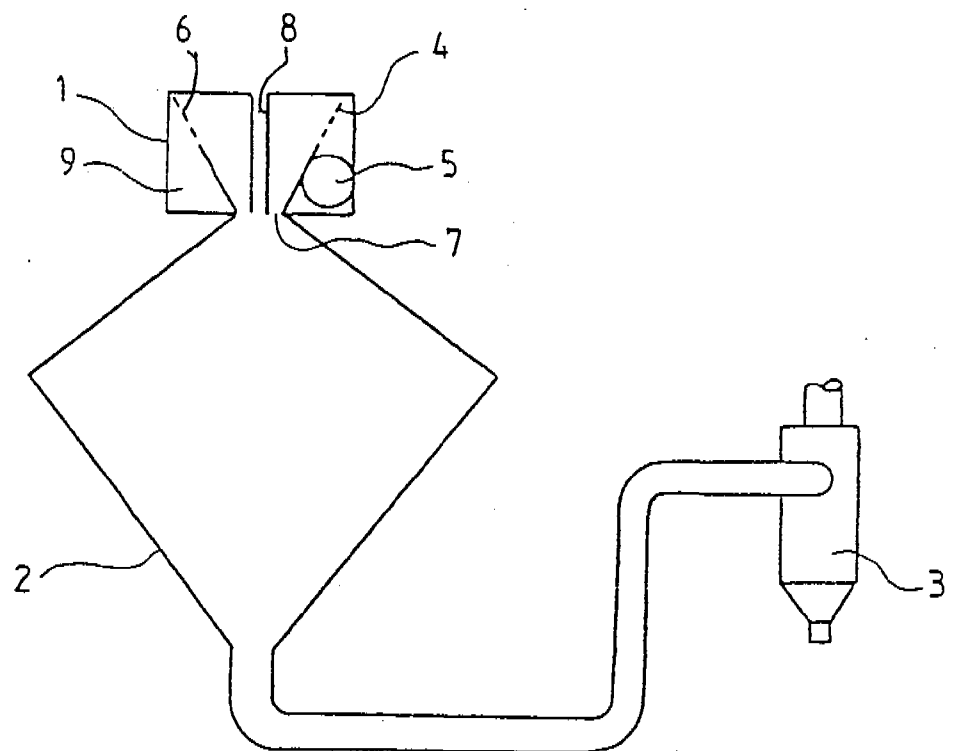
8. Patenttivaatimuksessa 6 tai 7 määritellyn tripolyfosfaatin käyttö jauhemaisen pesuaineen valmistukseen käytettävän sumutettavan liuoksen valmistamiseksi.

9. Patenttivaatimuksen 8 mukainen käyttö, t u n n e t t u siitä, että sumutettava liuos lisäksi sisältää tseoliitti A:ta tai X:ää.

10. Patenttivaatimuksen 8 mukainen käyttö, t u n n e t t u siitä, että sumutettava liuos sisältää:

- 10 - 40 % TPP:tä
- 1 - 20 % pinta-aktiivisia aineita
- 10 - 30 % erilaisia yhdisteitä
- 20 - 60 % vettä.

11. Patenttivaatimuksen 10 mukainen käyttö, t u n n e t t u siitä, että pinta-aktiiviset aineet ovat tyypiltään ei-ionisia.



Viitejulkaisuja - Anförda publikationer

Julkisia suomalaisia patenttihakemuksia: - Offentliga finska patentansökningar:

822378 (B01719/00)

Hakemus-, kuulutus- ja patenttijulkaisuja: - Ansökningspublikationer,
utläggings- och patentskrifter:

FI

CH

DE

DK

FR

GB

NO

SE

US

Merkitse hakemusjulkaisun (esim. saksal. Offenlegungsschrift) numeron eteen H ja vastaavasti kuulutus- ja patenttijulkaisun numeron eteen K ja P.

ET

WO

Muita julkaisuja: - Andra publikationer:

29-1.87

Peter J. Bayk

Allekirjoitus