



NORGE

(12) **UTLEGNINGSSKRIFT**

(19) NO

(11) **173246**

(13) B

(51) Int Cl<sup>5</sup> C 11 D 1/94, 11/00

## Styret for det industrielle rettsvern

---

|                     |                                                                          |                                      |                       |
|---------------------|--------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------|-----------------------|
| (21) Søknadsnr      | 873095                                                                   | (86) Int. inng. dag og søknadsnummer |                       |
| (22) Inng. dag      | 23.07.87                                                                 | (85) Videreføringsdag                |                       |
| (24) Løpedag        | 23.07.87                                                                 | (30) Prioritet                       | 25.07.86, FR, 8610790 |
| (41) Alm. tilgj.    | 26.01.88                                                                 |                                      |                       |
| (44) Utlegningsdato | 09.08.93                                                                 |                                      |                       |
| (71) Patentsøker    | Cotelle SA, 122, av du Général Leclerc, F-92103 Boulogne-Billancourt, FR |                                      |                       |
| (72) Oppfinner      | Henkel Entretien, 150, rue Galliéri, F-92100 Boulogne Billancourt, FR    |                                      |                       |
|                     | Annette Bertho, Aulnay-sous-Bois, FR                                     |                                      |                       |
|                     | Daniel Charpin, Saint-Maur, FR                                           |                                      |                       |
|                     | Catherine Heusele, Palaiseau, FR                                         |                                      |                       |
|                     | Patrick Moireau, Vitry-sur-Seine, FR                                     |                                      |                       |
| (74) Fullmektig     | Tandbergs Patentkontor AS, Oslo                                          |                                      |                       |

---

|                 |                                                                                                                                                                                                      |
|-----------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| (54) Benevnelse | <b>Hellbart, konsentrert, klart, flytende vaskemiddel og fremgangsmåte for å regulere viskositeten av dette og av et vaskemiddel oppnådd ved fortynning av det konsentrerte vaskemiddel med vann</b> |
|-----------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|

(56) Anførte publikasjoner Ingen

(57) Sammendrag

Hellbart, konsentrert, klart, flytende vaskemiddel, som lar seg fortynne med vann til et viskøst, fortynnet vaskemiddel. Det konsentrerte vaskemiddel inneholder minst ett anionisk overflateaktivt middel og et middel som regulerer viskositeten av det fortynnede vaskemiddel og som utgjøres av minst ett overflateaktivt middel valgt blant ikke-ioniske, amfotære og zwitter-ioniske overflateaktive midler, i kombinasjon med minst én syre eller et syresalt i en slik mengde at det oppløses i det konsentrerte vaskemiddel, foruten vann. Det overflateaktive middel og syren eller saltet velges slik at viskositeten  $V_2$  av det fortynnede vaskemiddel avtar, eller øker og deretter avtar, når mengden av syre eller av syresalt øker. Vaskemidlet er spesielt anvendelig som oppvaskemiddel.

Den foreliggende oppfinnelse angår et hellbart, konsentrert, klart, flytende vaskemiddel som lar seg fortynne med vann til et viskøst, fortynnet vaskemiddel, og som er slik  
5 at viskositeten av det fortynnede vaskemiddel blir tilstrekkelig høy til å tilfredsstille forbrukerne, mens viskositeten av det konsentrerte vaskemiddel er tilstrekkelig lav til å gjøre det mulig å helle dette i beholdere. Oppfinnelsen angår dessuten en fremgangsmåte for å regulere viskositeten av det  
10 konsentrerte, flytende vaskemiddel og viskositeten av det fortynnede vaskemiddel som fås ved tilsetning av vann til det konsentrerte vaskemiddel.

Et fortynnet vaskemiddel som har høy viskositet, anses av forbrukerne å være mer effektivt enn et vaskemiddel  
15 som har samme konsentrasjon av aktive stoffer, men som har lavere viskositet. Hittil har det imidlertid forholdt seg slik at dersom man ønsket å oppnå et fortynnet vaskemiddel med tilfredsstillende viskositet, ble viskositeten av det konsentrerte basisvaskemiddel for høy til å muliggjøre industriell  
20 fremstilling.

Et problem er det dessuten at fortynningen av det konsentrerte vaskemiddel foretas av brukeren og følgelig under betingelser som ikke kan kontrolleres. Således foretas fortynningen med en varierende mengde vann. Dette vann er spesielt  
25 vann fra kranen, og følgelig kan det, alt etter området, være mer eller mindre hardt og inneholde ulike ioner. Vannets temperatur varierer og kan være mellom 0 og 20°C. Flasken eller beholderen i hvilken fortynningen foretas, kan være en hvilken som helst, og således kanskje en glassflaske eller  
30 plastflaske, hvis form kan variere. Fortynningsbetingelsene er således helt ulike dem som benyttes ved fortynning på produksjonsstedet, hvor temperaturen og mengden og kvaliteten av fortynningsvannet reguleres strengt, og likeledes omrøringen og formen og arten av beholderen i hvilken vaskemidlet anbringes.  
35 ges.

I fransk patentskrift nr. 1.462.001 beskrives vaske- midler som inneholder:

A) vannopløselige lavere alkanolaminsalter av alkylbenzensulfonsyrer eller alkyltoluensulfonsyrer i hvilke alkyl-

radikalet inneholder 8-18 carbonatomer, og

B) ikke-ioniske overflateaktive midler som er ethoxylerte og/eller propoxylerte ethere av alifatiske alkoholer inneholdende minst 8 carbonatomer eller av alkylfenoler i

5 hvilke alkylradikalet inneholder 5-18 carbonatomer, og

C) fettsyreamidene av mono-, di- eller triethanolamin hvor fettsyrenes alkylradikal inneholder 10-15 carbonatomer, samt

vann og polyfosfater, foruten natriummethylcellulose  
10 og natriumcarboxymethylcellulose.

Alkanolaminsaltet av alkylbenzensulfonsyre og alkyltoluensulfonsyre dannes ved avsluttende tilsetning av alkanolamin til blandingen av overflateaktive midler og fettsyrealkanamid, i nærvær av cellulosederivatene. Disse salter  
15 dannes således in situ under blandingen av de forskjellige forbindelser.

Disse vaskemidler er ikke beregnet for å skulle fortynnes, og derfor har man ikke bekymret seg om hvilken viskositet det fortynnete vaskemiddel ville få i forhold til  
20 viskositeten av det konsentrerte vaskemiddel.

I fransk patentskrift nr. 1.501.661 beskrives en fremgangsmåte for fremstilling av et flytende, konsentrert vaskemiddel, hvilken fremgangsmåte består i at man til et overflateaktivt middel av ovennevnte type B setter et diethanolamin, tilsetter alkylbenzensulfonsyren eller alkyltoluensulfonsyren for å nøytralisere dette og deretter tilsetter et fettsyreamid av ethanolamin.

I henhold til dette patentskrift foretas dannelsen av salter av alkylbenzen- eller alkyltoluensulfonsyre ved nøytraliserings in situ, dvs. under blandingen av de forskjellige bestanddeler av vaskemidlet. Dessuten vil de dannede vaskemidler, når disse fortynnes med vann til vaskemidler med 50-65% aktive stoffer, danne geler.

I europeisk patentsøknad med publ. nr. 77 674 beskrives blandinger som inneholder et amidobetain, et organisk eller uorganisk salt, vann og et anionisk overflateaktivt middel som er tilstede i mengder av mellom 0,25 og 15 vekt%. Hensikten, slik den angis i denne publikasjon, er å oppnå en fortykket vandig oppløsning gjennom å tilsette den fra 5 til

25 vekt% amidobetain. De erholdte vaskemidler kan være klare eller ugjennomsiktige, og de kan ha form av geler eller deiger. Disse vaskemidler er lite konsentrerte og inneholder 50-70% vann.

5 I europeisk patentsøknad med publ. nr. 88 612 beskrives fortynnbare, flytende vaskemidler som inneholder mer enn 90 vekt% vaskemiddelstoffer inneholdende mer enn 50 vekt% ethanolamid avledet fra kopra og polyether, nemlig mer enn 50% ikke-ioniske overflateaktive midler. Imidlertid har disse  
10 vaskemidler moderat vaskeevne, fordi ikke-ioniske overflateaktive midlers vaskeevne er svakere enn anioniske overflateaktive midlers vaskeevne. Dessuten er disse vaskemidler ternære blandinger som ikke inneholder noe fortykkende salt, fordi et slikt salt har tendens til å felles ut.

15 I britisk patentskrift nr. 1 164 854 beskrives vaskemidler som inneholder ammoniumsalter eller alkylbenzensulfonataminsalter, ethoxylerte alkoholer og salter av to- eller treverdige metaller, f.eks. magnesiumsulfat. Imidlertid er viskositeten av slike vaskemidler med 30% innhold av aktive  
20 stoffer ikke regulerbar som funksjon av saltinnholdet, og når vaskemidlene fortynnes til 15% innhold av aktive stoffer, blir de uklare.

I fransk patentskrift nr. 2.156.825 beskrives vandige konsentrater av sulfater av alkoxylererte alkoholer, hvis vis-  
25 kositet er blitt redusert ved hjelp av forbindelser såsom melkesyre, glyserolsyre, vinsyre eller sitronsyre, hvilket gjør det mulig å fortynne dem uten at det dannes geler.

Fransk patentskrift nr. 2 304 665 angår vaskemidler som inneholder et olefinsulfonat, til hvilke det tilsettes et  
30 syresalt for å redusere viskositeten av de konsentrerte vaskemidler. Dette patentskrift angår videre fortynninger av disse blandinger av olefinsulfonat og syresalt. Man kan eventuelt tilsette et alkanolamid til disse fortynnede blandinger i den hensikt å øke blandingens viskositet. Således beskrives det i  
35 dette patentskrift et konsentrert vaskemiddel som inneholder et anionisk overflateaktivt middel og et salt, eller et fortynnet vaskemiddel til hvilket det settes et ikke-ionisk overflateaktivt middel.

I fransk patentskrift nr. 2.343.804 beskrives et

vaskemiddel som inneholder et ikke-ionisk, polyethoxylert overflateaktivt middel og en syre som har som funksjon å øke vaskemidlets vaskeevne.

I US patentskrift nr. 4.092.273 beskrives et vaskemiddel som inneholder et middel mot geldannelse ved lav temperatur. Dette middel er et disyresalt.

I britisk patentskrift nr. 2.106.927 beskrives et tartratfjernende preparat som inneholder en detergent, en syre og et fortykningsmiddel på basis av celluloseether.

Søkeren har nu ganske uventet og stikk i strid med hva som kunne forutses ut fra teknikkens stand, kunnet fremstille klare, konsentrerte vaskemidler som lar seg fortynne med vann, og hvis fortynning gir fortynnede vaskemidler med en viskositet som ikke er vesentlig redusert, men som tvert imot  
sogar kan reguleres i forhold til viskositeten av det konsentrerte vaskemiddel, slik dette er ønskelig, gjennom tilsetning av syrer eller av salter derav som er oppløselige i det konsentrerte vaskemiddel, idet vaskemidlet inneholder anioniske overflateaktive midler i en mengde som er større enn  
mengden av ikke-ioniske overflateaktive midler. Dessuten er de fortynnede vaskemidler klare.

Med den foreliggende oppfinnelse tilveiebringes det således et hellbart, konsentrert, klart, flytende vaskemiddel, som lar seg fortynne med vann til et viskøst, fortynnet vaskemiddel, og som er karakteristisk ved at det inneholder:

a) 10-70 vekt% av minst ett anionisk overflateaktivt middel,

b) en kombinasjon av

b1) 2-20 vekt% av minst ett overflateaktivt middel valgt blant ikke-ioniske, amfotere og zwitterioniske overflateaktive midler, og

b2) 0,5-20 vekt% av minst én syre, eller av et salt av syren, med den generelle formel:

A-C

(I)

hvor A er et anion valgt blant mettede og umettede alifatiske grupper med 1-8 carbonatomer, som eventuelt kan inneholde hydroxygrupper, såsom en rest av melkesyre,

propionsyre, ravsyre, eplesyre, glycolsyre, glycerolsyre, vinsyre, citronsyre, gluconsyre, saccharinsyre, maursyre, eddiksyre, smørsyre, oxalsyre, maleinsyre eller itaconsyre eller en sulfat-, iodid-, bromid-, klorid-, thiosulfat-, propionat-, bicromat-, acetat- eller orthofosfatgruppe, og

C er et kation valgt blant natrium-, kalium-, calcium-, ammonium-, alkanolammonium-, magnesium-, jern- og kobberioner, og

c) vann,

idet den totale mengde overflateaktive midler ( $a+b_1$ ) utgjør 15-90%, og mengdeforholdet mellom den totale mengde anioniske overflateaktive midler og den totale mengde ikke-ioniske overflateaktive midler er større enn 1.

Vaskemidlet ifølge oppfinnelsen benyttes fortrinnsvis som en vaskevæske for generell anvendelse og spesielt som oppvaskmiddel.

Fortrinnsvis utgjør den totale mengde overflateaktive midler ( $a + b_1 + e$ ) høyst 90 vekt% av vaskemidlet, mens forholdet mellom den totale mengde anioniske overflateaktive midler og den totale mengde ikke-ioniske overflateaktive midler er større enn 1.

I henhold til oppfinnelsen svarer syren eller dennes salt, som utgjør bestanddelen ( $b_2$ ), fortrinnsvis til den generelle formel A-C, hvor A er et anion som er valgt blant mettede og umettede alifatiske grupper som inneholder 1-8 carbonatomer, og som eventuelt inneholder hydroxygrupper, og mer foretrukket, grupper avledet fra melkesyre, propionsyre, ravsyre, eplesyre, glycolsyre, glycerolsyre, vinsyre, citronsyre, gluconsyre, saccharinsyre, maursyre, eddiksyre, smørsyre, oxalsyre, maleinsyre eller itaconsyre; og sulfat-, iodid-, bromid-, klorid-, thiosulfat-, bicromat- og orthofosfatgrupper; og C er hydrogen eller et kation valgt blant natrium, kalium, calcium, ammonium, alkanolammonium, magnesium, jern og kobber.

Når man ønsker å oppnå høye konsentrasjoner i vaskemidlet før fortynning, foretrekkes syrer eller salter såsom melkesyre, ammoniumlactat eller ammoniumpropionat.

Mengdene av ko-regulatorsaltene ( $b_2$ ) som tilsettes, er fortrinnsvis på fra 0,5 til 20 vekt%.

I henhold til oppfinnelsen velges det overflateaktive middel ( $b_1$ ) i det viskositetsregulerende middel fortrinnsvis  
 5 blant:

amider av  $C_8$ - $C_{20}$ -fettsyrer og av aminer med formelen:

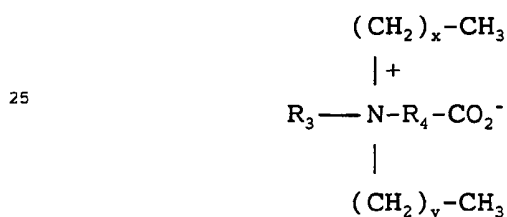


hvor  $R_1$  og  $R_2$  er like eller ulike og er valgt blant:

hydrogen eller en  $C_1$ - $C_4$ -alkylgruppe som er substituert med én  
 15 eller flere OH-grupper;

mono- eller polyfunksjonelle syreamider med mettet alkylkjede eller umettet alkenylkjede, som kan være oxyethylenerte eller oxypropylenerte;  
 20

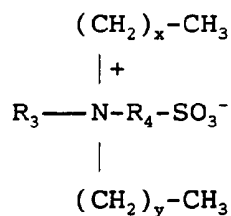
alkylbetainer med formelen:



hvor  $R_3$  er et alkyl- eller alkenylradikal med 8-20 carbonatomer,  $R_4$  er  $-(CH_2)_z-$  eller  $-CH_2-CH(OH)-(CH_2)_z$  hvor  $x$  og  $y$  er like eller ulike og er 0 eller et helt tall fra 1 til 5, og  $z$  er et helt tall fra 1 til 5;  
 30

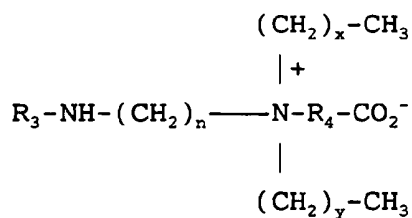
alkylsulfobetainer med formelen:

35



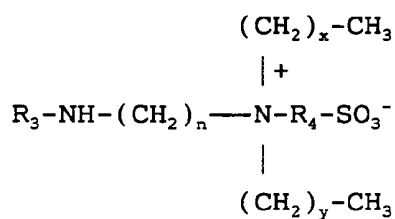
hvor  $\text{R}_3$ ,  $\text{R}_4$ ,  $x$ ,  $y$  og  $z$  er som ovenfor angitt;

10 alkylaminobetainer med formelen:



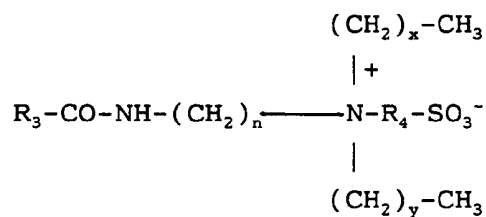
hvor  $\text{R}_3$ ,  $\text{R}_4$ ,  $x$ ,  $y$  og  $z$  har de ovenfor angitte betydninger og  $n$  er et helt tall på fra 1 til 6;

20 alkylaminosulfobetainer med formelen:



hvor  $\text{R}_3$ ,  $\text{R}_4$ ,  $x$ ,  $y$ ,  $z$  og  $n$  har de ovenfor angitte betydninger;

30 alkylamidofosfobetainer med formelen:



hvor  $\text{R}_3$ ,  $\text{R}_4$ ,  $x$ ,  $y$ ,  $z$  og  $n$  har de ovenfor angitte betydninger;

idet fettsyreesterne og esterne av fettsyre og polyethoxylert og/eller polypropoxylert alkylenpolyol inneholder fra 1 til 200 ethylenoxyd- og/eller propylenoxydradikaler, fettsyrene inneholder 8-20 carbonatomer og polyolene er valgt blant  
5 ethandiol-1,2, propandiol-1,2, butandiol-1,2, glycerin, sorbitan og glucose.

Det foretrekkes spesielt at det overflateaktive middel i fortykningsmidlet er diethanolamidet av kokos eller dioleatet av ethoxylert propylenglycol inneholdende gjennom-  
10 snittlig 55 OE-enheter i molekylet.

Mengdene av overflateaktivt middel i det viskositetsregulerende middel er fra 2 til 20 vekt%.

De anioniske detergenter (a) som foretrekkes i henhold til oppfinnelsen, er sulfater eller sulfonater av alkali-  
15 metaller, jordalkalimetaller, ammonium, alkylamin eller alkanolamin; idet sulfatene eller sulfonatene har en alkylkjede som inneholder fra 8 til 22 carbonatomer. Eksempler på anioniske overflateaktive midler som benyttes i vaskemidlene ifølge oppfinnelsen, er alkylsulfatene av natrium, magnesium,  
20 ammonium, kalium, alkylamin eller alkanolamin, fremstilt ved sulfatering av alkoholer inneholdende 8-18 carbonatomer, alkylbenzen- eller alkyltoluensulfonatene av natrium, magnesium, mono-, di- eller triethanolamin eller alkylamin, hvor alkylgruppen inneholder fra 8 til 18 carbonatomer, idet alkyl-  
25 radikalet er en forgrenet eller uforgrenet alifatisk kjede; paraffinsulfonater og alkensulfonater og hydroxyalkansulfonater, f.eks. av natrium eller magnesium, i hvilke alkyl- eller alkenylradikalet inneholder fra 10 til 20 carbonatomer, og alkyl(C<sub>10</sub>-C<sub>20</sub>)-ethersulfater, f.eks. avledet fra talgolje eller  
30 kokosolje eller fremstilt ved syntese.

Eksempler på anioniske overflateaktive midler er natrium-, triethanolamin- og ammoniumlaurylethersulfat og natriumparaffinsulfonater hvor alkylkjeden inneholder 13-15 carbonatomer. Det foretrekkes et alkylethersulfat hvor alkyl-  
35 kjeden inneholder 12-14 carbonatomer, f.eks. 70% C<sub>12</sub> og 30% C<sub>14</sub>, hvilket alkylethersulfat inneholder gjennomsnittlig 2,2 ethylenoxydgrupper i molekylet.

Fortrinnsvis er det anioniske overflateaktive middel (a) en alkylbenzensulfonsyre hvis alkylkjede inneholder 10-12

carbonatomer, og som er nøytralisert med et amin inneholdende 1-3 alkylolgrupper, og mer foretrukket monoethanolamin, som gir det konsentrerte vaskemiddel en litt lavere viskositet, hvilket gjør det mulig å redusere innholdet av ikke-vandig  
5 oppløsningsmiddel og følgelig gjør det mulig å tilsette vaske-  
midlet aktive stoffer i en høyere konsentrasjon.

Det er vesentlig at det anioniske overflateaktive middel eller blandingen av anioniske overflateaktive midler velges slik, i oppløsninger som inneholder mer enn 40 vekt%  
10 aktive stoffer, at de inneholder tilstrekkelig få ioner med tendens til å danne salter som utfelles i det konsentrerte vaskemiddel. Det ønskes således at de konsentrerte vaskemidler ifølge oppfinnelsen har et uklarhetspunkt og et klarningspunkt som er vesentlig lavere enn +5°C og sogar lavere enn 0°C.  
15 Vanligvis velges det anioniske overflateaktive midler som inneholder mindre enn 0,5 vekt% natriumklorid og mindre enn 2 vekt% natriumsulfat.

Det er viktig at de stabile sulfonsyrer, f.eks. alkylbenzensulfonsyre, nøytraliseres før fremstillingen av det  
20 konsentrerte vaskemiddel påbegynnes, hvilket gjør det mulig å anvende dem i vaskemidler med 20% og likeledes 40% eller 60% eller 80% aktive stoffer. Fortrinnsvis foretas nøytraliseringen med monoethanolamin i nærvær av ethanol og en ethoxylert alkohol som inneholder et alkylradikal med 10-12 carbonatomer  
25 og fortrinnsvis 5 OE-enheter. Ved nøytralisering med en valgt base fåes forbindelser som er tilstrekkelig oppløselige til at utfelning unngås.

Det ikke-vandige oppløsningsmiddel som benyttes i henhold til oppfinnelsen, velges blant alkoholer, glycoler,  
30 glycolethere, ketoner og blandinger av slike, idet det fortrinnsvis benyttes f.eks. isopropanol, ethanol eller en blanding derav.

Mengdene av ikke-vandige oppløsningsmidler i vaske-  
midlet ifølge oppfinnelsen er fra 0 til 10 vekt%. I de mest  
35 konsentrerte vaskemidler er mengden av alkohol lavere enn 10 vekt%.

Vaskemidlet ifølge oppfinnelsen kan eventuelt inneholde et ikke-ionisk overflateaktivt middel som har som funksjon å fluidisere det konsentrerte vaskemiddel. Fortrinnsvis

velges ethoxylerte fettalkoholer, ethoxylerte alkylfenoler, eventuelt ethoxylerte fettsyrealkanolamider og deres blandinger. Som eksempel på ethoxylerte fettalkoholer kan nevnes  $C_{10}$ - $C_{18}$ -alifatiske alkoholer inneholdende 1-100 OE-enheter.

- 5 Fortrinnsvis velges en  $C_{10}$ - $C_{12}$ -alifatisk alkohol inneholdende 5 OE-enheter.

I henhold til oppfinnelsen kan vaskemidlet eventuelt inneholde et overflateaktivt middel som oppløseliggjør parfumer, f.eks. et polyoxylert sorbitanmonooleat med gjennom-

10 snittlig 20 OE-enheter i molekylet, en parfyme, et farvestoff og et konserveringsmiddel. Den totale mengde ikke-ionisk overflateaktivt middel er fortrinnsvis mindre enn den totale mengde anionisk overflateaktivt middel, fordi oppløsningene ifølge oppfinnelsen skal benyttes som vaskemidler og vaske-

15 evnen tilveiebringes hovedsakelig av de anioniske overflateaktive midler.

De hydrotropiske midler som eventuelt kan tilsettes, er f.eks. natrium-, kalium- eller ammoniumxylensulfonat, -toluensulfonat, -ethylbensensulfonat, -isopropylbensensul-

20 fonat, -n-amylsulfat og -n-hexylsulfat, urea og blandinger derav. Mengden av hydrotropisk middel i vaskemidlet er på fra 0 til 5 vekt%.

Når man i henhold til oppfinnelsen anvender ko-regulatorsalter som har tendens til å spaltes i basisk miljø, såsom ammoniumlactat, innføres en pH-regulerende syre i den konsentrerte oppløsning for å innstille pH-verdien på 5-7. Eksempelvis inneholder vaskemidlene ifølge oppfinnelsen svo-

25 velsyre.

Oppfinnelsen angår videre en fremgangsmåte for regulering av viskositeten  $V_2$  av et fortynnet vaskemiddel dannet ved fortynning med vann av et konsentrert vaskemiddel med viskositet  $V_1$ , hvilken fremgangsmåte er karakteristisk ved at det til minst ett anionisk overflateaktivt middel, som eventuelt foreligger i blanding med minst ett ikke-ionisk overflate-

30 aktivt middel, tilsettes et viskositetsregulerende middel som utgjøres av en kombinasjon av minst ett ikke-ionisk, amfotert eller switterionisk overflateaktivt middel og en syre eller et oppløst salt av syren, slik disse forbindelser er angitt i krav 1.

De konsentrerte vaskemidler ifølge oppfinnelsen er beregnet å skulle pakkes i stiv eller myk emballasje, og de må således kunne helles i og ut av denne emballasje. Viskositeten  $V_1$  må således reguleres slik at den blir lavere enn 800 mPa.s (centipoise), fortrinnsvis lavere enn 500 mPa.s, målt med et Brookfield viskosimeter ved 12 r.p.m. med en spindel nr. 2. Dessuten ønskes det at det fortynnede vaskemiddel skal ha en viskositet som er akseptabel for husholdningsbruk, hvilket innebærer at viskositeten  $V_2$  fortrinnsvis er høyere enn 50 mPa.s mer foretrukket høyere enn 150 mPa.s og sogar av størrelsesordenen 300 mPa.s. I denne hensikt reguleres viskositeten  $V_1$  av det konsentrerte vaskemiddel og viskositeten  $V_2$  av det fortynnede vaskemiddel ved at det til minst ett anionisk overflateaktivt middel, som eventuelt kan være blandet med minst ett ikke-ionisk overflateaktivt middel, settes et viskositetsregulerende middel bestående av minst ett ikke-ionisk, amfotært eller zwitter-ionisk overflateaktivt middel og en syre eller et syresalt, således at viskositeten av det fortynnede vaskemiddel avtar som funksjon av mengden av oppløselig ko-regulatorsalt, eller således at denne viskositet øker og deretter avtar som funksjon av mengden av ko-regulatorsaltet.

Den foreliggende oppfinnelse skal nu beskrives nærmere under henvisning til den vedføyede tegning, som viser hvordan viskositeten av de fortynnede og konsentrerte vaskemidler varierer. Abscisseaksen angir mengden av oppløselig salt i prosent. Langs abscisseaksen har man angitt prosentmengden av salt i henholdsvis det konsentrerte vaskemiddel og det fortynnede vaskemiddel. Ordinataksen angir viskositeten av vaskemidlet. De heltrukne kurver angir hvordan viskositeten varierer for de konsentrerte vaskemidler som som ko-viskositetsregulatorsalter inneholder:

|                                     |   |
|-------------------------------------|---|
| magnesiumsulfat, representert ved   | X |
| kaliumfosfat, representert ved      | + |
| ammoniumsulfat, representert ved    | Δ |
| ammoniumpropionat, representert ved | ○ |
| natriumlactat, representert ved     | □ |
| ammoniumlactat, representert ved    | ▽ |

Kurvene tegnet med brutt linje viser hvordan viskositeten varierer for de fortynnede vaskemidler. Som funksjon av vekt-

prosenten av salt, vektprosenten av viskositetsregulator og fortynningen (2-6 gangers fortynning) fåes en viskositet  $V_1$  for det konsentrerte vaskemiddel og en viskositet  $V_2$  for det fortynnede vaskemiddel, som kan reguleres.

5 De følgende eksempler vil forklare nærmere hvordan oppfinnelsen kan utføres.

Med mindre annet er angitt er prosentangivelsene regnet på basis av vekten av det totale vaskemiddel, mens de konsentrerte vaskemidler er fortynnet fire ganger. De følgende  
10 forkortelser benyttes:

OE = ethylenoxyd

OP = propylenoxyd

ABS = alkylbenzensulfonat

PS = paraffinsulfonat

15 AES = alkylethersulfat

NI = ikke-ionisk overflateaktivt middel

DEA = diethanolamid

TEA = triethanolamin

#### 20 Sammenligningseksempel 1

De følgende bestanddeler blandes (eksempel 3C i europeisk patentsøknad nr. 77 674):

|    |                                   |             |
|----|-----------------------------------|-------------|
|    | kokosamidobetain                  | 15,0%       |
|    | natriumsulfat                     | 5,0%        |
| 25 | natrium- $\alpha$ -olefinsulfonat | 2,4%        |
|    | vann                              | inntil 100% |

Vaskemidlet har en viskositet på 2600 mPa.s. Det er et lite konsentrert vaskemiddel, som inneholder 17% aktive  
30 stoffer.

Når innholdet av aktive stoffer økes, nemlig når prosentinnholdet av  $\alpha$ -olefinsulfonat økes, avtar viskositeten, og det oppnås ikke noe fortynnet vaskemiddel med tilfredsstillende viskositet.

EKSEMPEL 1

Fremstilling av alkyl(C<sub>10</sub>-C<sub>12</sub>)-benzensulfonsyre nøytralisert med triethanolamin

I 1000 g alkylbensensulfonsyre helles, litt ad gangen, ca. 528 g triethanolamin, idet blandingen kjøles slik at den holder ca. 50°C. Samtidig ihelles det alternativt et ikke-ionisk overflateaktivt middel bestående av en ethoxylert C<sub>10</sub>-C<sub>12</sub>-alkohol med 5 OE-enheter og ethanol, nemlig ca. 195 g ethoxylert alkohol og ca. 220 g ethanol. Reaksjonsblandingen skifter fra brungrønn farve til en lys gul farve i løpet av nøytraliseringen. Den endelige pH-verdi ligger i nærheten av 7.

Det fåes et vaskemiddel med 73-77 vekt% triethanolamin-ABS.

Sammenligningseksempel 2

Det fremstilles et vaskemiddel med 40% anioniske aktive stoffer. For dette formål fremstilles den følgende blanding:

|                                                                       |             |   |
|-----------------------------------------------------------------------|-------------|---|
| ABS nøytralisert med triethanolamin                                   | 30          | % |
| ethoxylert C <sub>10</sub> -C <sub>12</sub> -alkohol med 5 OE-enheter | 4,5         | % |
| natrium-PS (93% paraffinsulfonat)                                     | 2           | % |
| natrium-LES (laurylethersulfat)                                       | 8           | % |
| amidobetain                                                           | 4           | % |
| ethoxylert kopradiethanolamid (5 OE-enheter)                          | 3,4         | % |
| NaCl                                                                  | 2,25        | % |
| EtOH                                                                  | 1,75        | % |
| vann                                                                  | inntil 100% |   |

Saltet, dvs. natriumklorid, er ikke tilstrekkelig oppløselig i vannet og alkoholen, og det skiller seg ut i løpet av noen timer.

EKSEMPEL 2

Det følgende vaskemiddel ifølge oppfinnelsen fremstilles:

|   |                                                                       |             |
|---|-----------------------------------------------------------------------|-------------|
|   | ABS nøytralisert med triethanolamin                                   | 32,3 %      |
|   | ethoxylert C <sub>10</sub> -C <sub>12</sub> -alkohol med 5 OE-enheter | 5,2 %       |
|   | natrium-AES                                                           | 8,5 %       |
|   | kokosdiethanolamid                                                    | 12,75%      |
| 5 | ammoniumlactat                                                        | 6 %         |
|   | 1M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>                                     | 5 %         |
|   | EtOH                                                                  | 3 %         |
|   | vann                                                                  | inntil 100% |

10 I det nøytraliserte ABS helles svovelsyren under omrøring, deretter ethanolen og kopraamidet og deretter ammoniumlactatet og til slutt natrium-AES.

Det erholdte vaskemiddel er gjennomsiktig og klart og har en guloker farve. Det inneholder 40% anioniske aktive  
 15 stoffer og 18% ikke-ioniske aktive stoffer. Viskositeten er på 130 mPa.s den første dag og 160 mPa.s den andre dag. Dette vaskemiddel fortynnes fire ganger med vann. Viskositeten av det fortynnede vaskemiddel er på 400 mPa.s den første dag og 470 mPa.s den andre dag. Det har en lys gul farve.

20 Uklarhetpunktet ligger ved 0°C, og klarningspunktet ligger ved +2°C.

Dette vaskemiddel er særpreget ved at:

ABS nøytraliseres før bestanddelene blandes, hvilket gjør det mulig å oppnå et nøytralisert ABS som kan anvendes i  
 25 en hvilken som helst annen blanding, fordi det ikke nøytraliseres in situ.

Det fortynnede vaskemiddel har høyere viskositet enn det konsentrerte vaskemiddel.

30 Det konsentrerte vaskemiddel inneholder 60% aktive stoffer.

De konsentrerte og fortynnede vaskemidler er klare.

Mengden av alkohol er liten, hvilket gjør det mulig å fylle det konsentrerte vaskemiddel i emballasje for væsker fremstilt av polyvinylklorid, uten at emballasjen skades av  
 35 alkoholen.

### EKSEMPEL 3

Det følgende vaskemiddel fremstilles (prosentangivelserne er regnet på basis av vekten av vaskemidlet):

45,6% alkylbenzensulfonsyre med 10-12 carbonatomer i alkylkjeden, nøytralisert med monoethanolamin i nærvær av ethanol og "Lauropal 02-05" som er en C<sub>10</sub>-C<sub>12</sub>-alkohol med 5 OE-enheter som fremstilles av firmaet Witco,

5 27% "Lauropal 02-05", inklusive den mengde som tilføres sammen med den nøytraliserte alkylbenzensulfonsyre.

7% natrium-LES, som er en ethoxylert og sulfatert (C<sub>12</sub>-C<sub>14</sub>)-fettalkohol med gjennomsnittlig 2,2 OE-enheter.

8% væskeformig "Antil 141", fremstilt av Goldschmidt, som er  
10 sammensatt av

40% polyethoxylert propylenglycoldioleat med gjennomsnittlig 55 OE-enheter,

20% vann og

40% propylenglycol,

15 3,8% ammoniumlactat,

5,7% ethanol, inklusive den mengde som tilføres sammen med den nøytraliserte alkylbenzensulfonsyre, og inntil 100% vann.

20 Ammoniumlactatet fremstilles ved nøytralisering av melkesyre med gassformig ammoniakk eller ammoniakk i oppløsning.

Det således erholdte konsentrerte vaskemiddel ifølge oppfinnelsen har en viskositet på 250 mPa.s. Når 250 ml av  
25 dette vaskemiddel fortynnes med 750 ml vann, f.eks. vann fra springen, fåes et fortynnet vaskemiddel med viskositet 300 mPa.s. Disse vaskemidler er klare, uten bunnfall. Deres uklarhetspunkt ligger lavere enn -5°C og ned mot -9°C.

#### 30 EKSEMPEL 4

Det fremstilles et vaskemiddel med 24% aktive stoffer.

triethanolamin-ABS 11,2%

natriumlaurylsulfat (natrium-LS) 2,8%

kopradiethanolamid 10 %

35 1M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 4 %

natriumcumensulfonat 0,5%

|             |             |
|-------------|-------------|
| isopropanol | 1 %         |
| salt X      | Y %         |
| vann        | inntil 100% |

5            Prosentinnholdet av salt og arten av saltet varierer.

| Salt            | Konsentrasjon<br>Y% | Det konsentrerte<br>vaskemiddels utseende<br>ved romtemperatur |             |
|-----------------|---------------------|----------------------------------------------------------------|-------------|
|                 |                     | uklart<br>klart                                                | utskillelse |
| Ammoniumacetat  | 4%<br>3%            | uklart<br>klart                                                | utskillelse |
| Natriumklorid   | 4%<br>3%            | uklart<br>klart                                                | utskillelse |
| Magnesiumsulfat | 10%<br>9%           | uklart<br>klart                                                | utskillelse |
| Ammoniumlactat  | 16%<br>15%          | uklart<br>klart                                                | utskillelse |

25 Dette eksempel viser innvirkningen av mengden av salt som  
tilsettes, som funksjon av oppløseligheten, på det konsent-  
rerte vaskemiddels uklarhetspunkt.

#### Eksempel 5

30 De følgende vaskemidler fremstilles: se tabell I.  
Dette eksempel viser virkningen av det polyethoxylerte  
propylenglycoldioleat med 55 OE-enheter, som gjør det mulig  
å senke uklarhetspunktet for konsentrerte vaskemidler inne-  
holdende 40% og 60% aktive stoffer sammen med kopradiethanol-  
amid. Det overflateaktive middel som benyttes for å senke  
35 uklarhetspunktet, anvendes i en mengde av mellom 0 og 50  
vekt% av det viskositetsregulerende overflateaktive middel.

TABELL I - INNVIRKNING AV DET IKKE-IONISKE UKLARHETSPUNKTNEDETTEDE MIDDEL

| Type bestanddel                                | Bestående av                                                          | 1      | 2      | 3      | 4      |
|------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------|--------|--------|--------|--------|
| Anionisk                                       | ABS W/TEA (TEA av "Wibarco" ABS)                                      | 32,3   | 32,3   | 18     | 18     |
| Anionisk                                       | Na-LES ("Neopon", Witco)                                              | 8,5    | 8,5    |        |        |
| Anionisk                                       | Na-LS ("Sipon LCS98", Henkel)                                         |        |        | 5,9    | 5,9    |
| Ikke-ionisk (tilført med ABS)                  | "Lauropal 0205" (Witco)<br>(C10-C12-alkohol med 5 OE-enheter)         | 4,5    | 4,5    | 2,5    | 2,5    |
| Ikke-ionisk fortykningsmiddel                  | Kokosdiethanolamid                                                    | 11,9   | 11,9   | 12,7   | 12,7   |
| Salt                                           | Ammoniumlactat                                                        | 6      | 6      | 4,5    | 4,5    |
| pH-regulerende middel                          | 1M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>                                     | 5      | 5      | 5      | 5      |
| Hydrotropisk middel                            | Natriumcumensulfonat                                                  |        |        | 2      | 2      |
| Ikke-vandig oppløsningsmiddel                  | Ethanol                                                               | 3      | 2      |        |        |
| Ikke-ionisk ukklarhetspunkt-nedsættende middel | "Antil 141 L" (Goldschmidt) (propylenglycoldioleat med 55 OE-enheter) |        | 3,2    |        | 3      |
| Bæremedium                                     | H <sub>2</sub> O                                                      | q.s.p. | q.s.p. | q.s.p. | q.s.p. |
| % aktive stoffer                               |                                                                       | 60     | 60     | 40     | 40     |

TABELL I - INNVIRKNING AV DET IKKE-IONISKE UKLARHETSPUNKTNEDESETTENDE MIDDEL (forts.)

|                                            | Fysikalske egenskaper                                | 1    | 2   | 3     | 4   |
|--------------------------------------------|------------------------------------------------------|------|-----|-------|-----|
| Ved t = 1 dag, ved 20°C                    | Viskositet av konsentrert vaskemiddel (mPa.s)        | 128  | 122 | 134   | 128 |
| Brookfield V <sub>12</sub> , spindel nr. 2 | Viskositet av fortynnet vaskemiddel (mPa.s)          | 390  | 424 | 320   | 270 |
|                                            | Uklarhetpunkt (i °C for det konsentrerte vaskemiddel | 0/+2 | <-8 | +8/+9 | <-8 |

Anmerkninger:

Mengdene er uttrykt i % av det totale vaskemiddel, bortsett fra mengden av H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> som er uttrykt i % 1M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-oppløsning, og mengden av "Antil 141 L" som er uttrykt som mengden i % av dette bruttoprodukt.

Det vil sees at tilsetningen av "Antil 141 L" nedsetter uklarhetspunktet.

EKSEMPEL 6

Det fremstilles et vaskemiddel med 60% aktive stoffer (total mengde overflateaktive stoffer), hvorav ca. 40% utgjøres av anioniske overflateaktive stoffer.

5

|    | Bestanddel                                                  | Mengde i gram<br>(totalt 200 g) |                            | Mengde i % |
|----|-------------------------------------------------------------|---------------------------------|----------------------------|------------|
|    |                                                             |                                 |                            |            |
| 10 | 76% TEA-ABS ("Witbarco" ABS)                                | 88,6                            | ABS 33,7<br>"Lauropal" 5,2 |            |
|    | LES Na-("Neopon", Witco) 70%                                | 24,3                            |                            | 8,5        |
|    | Kopra-DEA ("Witcamid LDT/S", Witco)                         | 28                              |                            | 11,9       |
| 15 | 1M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>                           | 10                              |                            | 5          |
|    | "Antil 141 L" (40% propylenglycoldioleat med 55 OE-enheter) | 6                               |                            | 1,2        |
| 20 | Ethanol                                                     | 4                               |                            | 2          |
|    | Salt                                                        | X                               |                            | X/2        |
| 25 | H <sub>2</sub> O                                            | inntil 200                      |                            | inntil 100 |

Anioniske stoffer = 42,1%

Ikke-ioniske stoffer = 18,3%

30

Arten og mengden av saltet varierer i vaskemidlene.

35

- Med de forskjellige salter oppnås de følgende resultater:

Natriumlactat

| 5  | % salt i det konsentrerte vaskemiddel | Viskositet (mPa.s) med natriumlactat |           |
|----|---------------------------------------|--------------------------------------|-----------|
|    |                                       | Vaskemiddel                          |           |
|    |                                       | konsentrert                          | fortynnet |
|    | 2                                     | 185                                  | 312       |
| 10 | 5,5                                   | 166                                  | 607       |
|    | 6                                     | 170                                  | 639       |
|    | 7                                     | 177                                  | 558       |
|    | 10                                    | 457                                  | 380       |

15

Oppløselighet: En liten avsetning fra og med 5,5% i det konsentrerte vaskemiddel; uklarhet ved 10%.

Ammoniumlactat

| 20 | % salt i det konsentrerte vaskemiddel | Viskositet (mPa.s) med natriumlactat |           |
|----|---------------------------------------|--------------------------------------|-----------|
|    |                                       | Vaskemiddel                          |           |
|    |                                       | konsentrert                          | fortynnet |
|    | 2                                     | 168                                  | 366       |
| 25 | 3,5                                   | 150                                  | 656       |
|    | 4,5                                   | 146                                  | 664       |
|    | 5                                     | 141                                  | 644       |
|    | 6                                     | 140                                  | 595       |
| 30 | 10                                    | 166                                  | 219       |

35

Oppløselighet: Høyere enn 12% i det konsentrerte vaskemiddel.

Magnesiumsulfat

|    | % salt i det konsentrerte vaskemiddel | Viskositet (mPa.s) med $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ |                       |
|----|---------------------------------------|------------------------------------------------------------------|-----------------------|
|    |                                       | Vaskemiddel konsentrert                                          | Vaskemiddel fortynnet |
| 5  | 1                                     | 212                                                              | 146                   |
|    | 2                                     | 196                                                              | 390                   |
|    | 3                                     | 185                                                              | 540                   |
| 10 | 4                                     | 171                                                              | 496                   |
|    | 5                                     | 173                                                              | 317                   |

15 Oppløselighet: I det konsentrerte vaskemiddel inntreer uklarhet fra og med ca. 7%.

Kaliumfosfat

|    | % salt i det konsentrerte vaskemiddel | Viskositet (mPa.s) med $\text{K}_2\text{HPO}_4$ |                       |
|----|---------------------------------------|-------------------------------------------------|-----------------------|
|    |                                       | Vaskemiddel konsentrert                         | Vaskemiddel fortynnet |
| 20 | 2                                     | 158                                             | 296                   |
|    | 4                                     | 139                                             | 585                   |
| 25 | 5                                     | 130                                             | 645                   |
|    | 6                                     | 139                                             | 512                   |
|    | 8                                     | 159                                             | 453                   |

30 Oppløselighet: En liten avsetning fra og med 4% i det konsentrerte vaskemiddel. Ingen vesentlige avsetninger før etter 6%. Vesentlige avsetninger ved 8%.

Ammoniumsulfat

|    | % salt i det konsentrerte vaskemiddel | Viskositet (mPa.s) med $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ |                       |
|----|---------------------------------------|-----------------------------------------------------|-----------------------|
|    |                                       | Vaskemiddel konsentrert                             | Vaskemiddel fortynnet |
| 5  | 1                                     | 161                                                 | 266                   |
|    | 2                                     | 139                                                 | 537                   |
|    | 3                                     | 122                                                 | 700                   |
| 10 | 4                                     | 120                                                 | 606                   |
|    | 5                                     | 124                                                 | 550                   |

15 Oppløselighet: Utskillelse fra og med 5% for det konsentrerte vaskemiddels vedkommende.

Ammoniumpropionat

|    | % salt i det konsentrerte vaskemiddel | Viskositet (mPa.s) med ammoniumpropionat |                       |
|----|---------------------------------------|------------------------------------------|-----------------------|
|    |                                       | Vaskemiddel konsentrert                  | Vaskemiddel fortynnet |
| 20 | 1                                     | 170                                      | 268                   |
|    | 2                                     | 148                                      | 472                   |
| 25 | 3,5                                   | 129                                      | 521                   |
|    | 5                                     | 117                                      | 414                   |
|    | 7                                     | 117                                      | 209                   |

30 Oppløselighet: Oppløselighetsgrense høyere enn 10% for det konsentrerte vaskemiddels vedkommende.

Viskositetskurvene er gitt på fig. 1.

EKSEMPEL 7

Det fremstilles konsentrerte vaskemidler med ca.  
80% aktive stoffer.

| 5  | Bestanddel                                                                  | Mengde i gram   | Mengde i %                             |
|----|-----------------------------------------------------------------------------|-----------------|----------------------------------------|
|    |                                                                             | (totalt 200 g)  |                                        |
|    | Monoethanolamin-ABS ("102",<br>Shell), 76%                                  | 119             | 43,7%                                  |
| 10 | LES ("Neopon", Witco) 70%                                                   | 20              | 6,8                                    |
|    | "Laurapal 0205" (Witco)                                                     | 40              | 26                                     |
| 15 | "Antil 141 L" (20%<br>H <sub>2</sub> O, 40% dioleat,<br>40% propylenglycol) | 16              | dioleat 3,2<br>propylen-<br>glycol 3,2 |
|    | Salt                                                                        | X               |                                        |
|    | Ethanol                                                                     | 11,2            | 5,6                                    |
| 20 | Vann                                                                        | inntil<br>200 g | inntil 100                             |

Total mengde aktive stoffer = 79,6%

Anioniske stoffer = 50,5%

25 Ikke-ioniske stoffer = 29,1%

Viskositeten av de konsentrerte og fortynnede  
vaskemidler undersøkes som funksjon av innholdet av forskjel-  
lige salter. Resultatene er gitt i de følgende tabeller.

30

35

· VISKOSITETEN AV KONSENTRERT OG FORTYNNET VASKEMIDDEL SOM  
FUNKSJON AV INNHOLDET AV DIVERSE SALTER

Viskositeten av det konsentrerte vaskemiddel uten

5 salt = 262 mPa.s

Viskositeten av det fortynnede vaskemiddel uten

salt = 664 mPa.s.

| 10 | % salt i det konsentrerte vaskemiddel | Viskositet (mPa.s) med ammoniumcitrat |           |
|----|---------------------------------------|---------------------------------------|-----------|
|    |                                       | Vaskemiddel konsentrert               | fortynnet |
|    | 0,5                                   | 259                                   | 558       |
| 15 | 1                                     | 254                                   | 520       |
|    | 2                                     | 238                                   | 471       |

Oppløselighet: Ved 2% ammoniumcitrat i det konsentrerte  
20 vaskemiddel inntreer uklarhet.

| 25 | % salt i det konsentrerte vaskemiddel | Viskositet (mPa.s) med MgSO <sub>4</sub> , 7H <sub>2</sub> O |           |
|----|---------------------------------------|--------------------------------------------------------------|-----------|
|    |                                       | Vaskemiddel konsentrert                                      | fortynnet |
|    | 0,5                                   | 258                                                          | 587       |
|    | 0,75                                  | 258                                                          | 587       |
|    | 1                                     | 259                                                          | 439       |
| 30 | 2                                     | 261                                                          | 324       |

Oppløselighet: Ved 2% MgSO<sub>4</sub> fåes et uklart konsentrert  
35 vaskemiddel.

|    | % salt i det konsentrerte vaskemiddel | Viskositet (mPa.s) med ammoniumpropionat |                       |
|----|---------------------------------------|------------------------------------------|-----------------------|
|    |                                       | Vaskemiddel konsentrert                  | Vaskemiddel fortynnet |
| 5  | 0,5                                   | 262                                      | 575                   |
|    | 1                                     | 236                                      | 460                   |
|    | 2                                     | 244                                      | 327                   |
| 10 | 4                                     | 232                                      | 161                   |
|    | 6                                     | 221                                      | 95                    |

Oppløselighet: Ved 6% saltinnhold i det konsentrerte vaskemiddel inntrer uklarhet i det fortynnede vaskemiddel.

|    | % salt i det konsentrerte vaskemiddel | Viskositet (mPa.s) med ammoniumlactat |                       |
|----|---------------------------------------|---------------------------------------|-----------------------|
|    |                                       | Vaskemiddel konsentrert               | Vaskemiddel fortynnet |
| 20 | 0,5                                   | 254                                   | 574                   |
|    | 1                                     | 260                                   | 518                   |
|    | 2                                     | 246                                   | 392                   |
| 25 | 4                                     | 254                                   | 221                   |
|    | 6                                     | 265                                   | 132                   |
|    | 8                                     | 265                                   | 98                    |

Oppløselighet: Ved 8% saltinnhold i det konsentrerte vaskemiddel inntrer uklarhet i det fortynnede vaskemiddel.

EKSEMPEL 8 - Fortynninger av konsentrerte vaskemidler med 80% aktive stoffer

Når det foretas fortynninger ved bruk av vaskemidlet i husholdningen kan det lett begås feil, f.eks. med

- hensyn til mengden av konsentrert vaskemiddel som benyttes, kapasiteten av flasken som benyttes for fortynning, osv. Det er således viktig å kunne akseptere en temmelig stor feilmargin ved fortynningen, uten at det fortynnede vaskemiddels fysikalske egenskaper endres i noen betydelig grad.

|    | Bestanddel                                                     | Bestående av:                                                                              | %             |
|----|----------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------|---------------|
| 10 | Anionisk                                                       | ABS W/MEA<br>(Monoethanolamin<br>av "Wibarco" ABS)                                         | 44            |
|    | Anionisk                                                       | Na-LES ("Neopon", Witco)                                                                   | 6,75          |
|    | Ikke-ionisk fluidiseringsmiddel i det konsentrerte vaskemiddel | "Lauropal 0205" (Witco)<br>(C <sub>10</sub> -C <sub>12</sub> -alkohol med<br>5 OE-enheter) | 26            |
| 15 | Ikke-ionisk viskositetsregulerende middel                      | "Antil 141 L" (Goldschmidt)<br>(Propylenglycoldioleat med<br>55 OE-enheter)                | 7,7           |
|    | Viskositetsregulerende salt                                    | Ammoniumlactat                                                                             | 3,7           |
| 20 | Ikke-vandig oppløsningsmiddel                                  | Ethanol                                                                                    | 5,6           |
|    |                                                                | H <sub>2</sub> O                                                                           | inntil<br>100 |

|    |                          |                                                    |     |
|----|--------------------------|----------------------------------------------------|-----|
| 25 |                          | Fysikalske egenskaper                              |     |
|    | Brookfield, spindel nr.2 | Viskositet av det konsentrerte vaskemiddel (mPa.s) | 367 |
| 30 | V12                      | Det konsentrerte vaskemiddels uklarhetspunkt (°C)  | <-8 |

N.B. : "Antil 141 L" er angitt som bruttoprodukt.

## FORTYNNING

| 5  | Fortynnings-<br>forhold | Det fortynnede<br>vaskemiddels utseende | Viskositet (mPa.s)<br>(Brookfield V <sub>12</sub><br>spindel nr. 2 ved 20°C) |
|----|-------------------------|-----------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------|
|    | 1/2                     | uklart; skiller seg<br>hurtig           | lav                                                                          |
| 10 | 1/3                     | klart                                   | 149                                                                          |
|    | 1/4                     | klart                                   | 268                                                                          |
|    | 1/5                     | klart                                   | 470                                                                          |
| 15 | 1/6                     | klart                                   | 385                                                                          |
|    | 1/8                     | klart                                   | -                                                                            |

20 N.B. : Fortynningene foretas med kaldt vann direkte fra spring og med manuell omrøring.

Det sees at det med disse vaskemidler kan tillates store feilmarginer ved fortynningen.

25 EKSEMPEL 9

Det fremstilles vaskemidler med 24% aktive stoffer, som inneholder cumensulfonat som hydrotropt middel. Resultatene er oppført i den følgende tabell II.

30 EKSEMPEL 10

Det fremstilles vaskemidler med 36% innhold av aktive stoffer. Viskositeten av de fortynnede vaskemidler er angitt i den etterfølgende tabell III.

TABELL II

| Salt                                       | ABS ("102",<br>Shell) av<br>TEA | Natrium-<br>lauryl-<br>sulfat | Kokos-<br>DEA | Isopro-<br>panol | Natrium-<br>cumen-<br>sulfonat | Salt  | Viskositet (mPa.s)<br>kons. fort.<br>vaskemid. vaskemid. |
|--------------------------------------------|---------------------------------|-------------------------------|---------------|------------------|--------------------------------|-------|----------------------------------------------------------|
| NaCl                                       | 10,5%                           | 3,5%                          | 10%           | 1%               | 0,5%                           | 2%    | 172                                                      |
|                                            | 10,5%                           | 3,5%                          | 10%           | 1%               | 0,5%                           | 2,6%  | 127                                                      |
|                                            | 10,5%                           | 3,5%                          | 10%           | 1%               | 0,5%                           | 3,2%  | 99                                                       |
| Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>            | 10,5%                           | 3,5%                          | 10%           | 1%               | 0,5%                           | 3,2%  | 167                                                      |
|                                            | 10,5%                           | 3,5%                          | 10%           | 1%               | 0,5%                           | 4%    | 139                                                      |
|                                            | 10,5%                           | 3,5%                          | 10%           | 1%               | 0,5%                           | 4,8%  | 119                                                      |
| Natrium-<br>citrat,<br>5H <sub>2</sub> O   | 10,5%                           | 3,5%                          | 10%           | 1%               | 0,5%                           | 5,6%  | 147                                                      |
|                                            | 10,5%                           | 3,5%                          | 10%           | 1%               | 0,5%                           | 6,8%  | 119                                                      |
|                                            | 10,5%                           | 3,5%                          | 10%           | 1%               | 0,5%                           | 8,0%  | 105                                                      |
| Ammonium-<br>lactat                        | 10,5%                           | 3,5%                          | 10%           | 1%               | 0,5%                           | 3,9%  | 133                                                      |
|                                            | 10,5%                           | 3,5%                          | 10%           | 1%               | 0,5%                           | 4,6%  | 113                                                      |
|                                            | 10,5%                           | 3,5%                          | 10%           | 1%               | 0,5%                           | 5,3%  | 98                                                       |
| Magnesium-<br>klorid,<br>6H <sub>2</sub> O | 10,5%                           | 3,5%                          | 10%           | 1%               | 0,5%                           | 1,08% | 295                                                      |
|                                            | 10,5%                           | 3,5%                          | 10%           | 1%               | 0,5%                           | 1,16% | 269                                                      |
|                                            | 10,5%                           | 3,5%                          | 10%           | 1%               | 0,5%                           | 1,24% | 239                                                      |
|                                            |                                 |                               |               |                  |                                |       | 132                                                      |
|                                            |                                 |                               |               |                  |                                |       | 247                                                      |
|                                            |                                 |                               |               |                  |                                |       | 326                                                      |

TABELL III

|                                        | 1     | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     | %                                          |
|----------------------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|--------------------------------------------|
| ABS ("Wibarco") av TEA, 76,6%          | 49,6  | 49,6  | 49,6  | 49,6  | 49,6  | 49,6  | 19                                         |
| Natrium-LS ("Sipon LCS 98",<br>Henkel) | 12,3  | 12,3  | 12,3  | 12,3  | 12,3  | 12,3  | 6                                          |
| Kopra-DEA ("Witcamid LDT/S"<br>Witco)  | 25    | 25    | 25    | 25    | 25    | 25    | 10,6                                       |
| 1M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>      | 9     | 9     | 9     | 9     | 9     | 9     | 4,5                                        |
| Natriumcumensulfonat                   | 4     | 4     | 4     | 4     | 4     | 4     | 2                                          |
| Flytende "Antil 141"<br>Goldschmidt    | 6     | 6     | 6     | 6     | 6     | 6     | 1,2 (dioleat)<br>1,2 (propylen-<br>glycol) |
| Ammoniumlactat (74%)                   | 18    | -     | -     | -     | -     | -     | 6,6                                        |
| Ammoniumcitrat                         | -     | 14,8  | -     | -     | -     | -     | 7,4                                        |
| NaCl                                   | -     | -     | 9,2   | -     | -     | -     | 4,6                                        |
| Magnesiumacetat                        | -     | -     | -     | 4,8   | -     | -     | 2,4                                        |
| MgCl <sub>2</sub> , 6H <sub>2</sub> O  | -     | -     | -     | -     | 3,2   | -     | 1,6                                        |
| Natriumthiosulfat                      | -     | -     | -     | -     | -     | 22    | 11                                         |
| H <sub>2</sub> O                       | 76,1  | 79,3  | 84,9  | 89,3  | 90,9  | 72,1  | inntil 100                                 |
| Sum                                    | 200 g | 200 g | 200 g | 200 g | 200 g | 200 g |                                            |

TABELL III (forts.)

| Resultater                                   | 1      | 2      | 3               | 4      | 5      | 6      |
|----------------------------------------------|--------|--------|-----------------|--------|--------|--------|
| Utseende                                     | godt   | godt   | godt            | godt   | godt   | godt   |
| Viskositet av det konsentrerte vaskemiddel * | 149    | 141    | 135             | 301    | 351    | 144    |
| Viskositet av det fortynnede vaskemiddel *   | 357    | 350    | 345             | 321    | 242    | 326    |
| Uklarhetpunkt                                | < -5°C | < -5°C | +13°C/<br>+17°C | < -5°C | < -5°C | < -5°C |

Aktive stoffer = 38%

\* Brookfield-viskositet, 12 r.p.m., i mPa.s

P a t e n t k r a v

1.           Hellbart, konsentrert, klart, flytende vaskemiddel,  
5 som lar seg fortynne med vann til et viskøst, fortynnet vaske-  
middel,

k a r a k t e r i s e r t   v e d   at det inneholder:

a)   10-70 vekt% av minst ett anionisk overflate-  
aktivt middel,

10       b)   en kombinasjon av

b1)   2-20 vekt% av minst ett overflateaktivt  
middel valgt blant ikke-ioniske, amfotere  
og zwitterioniske overflateaktive midler,  
og

15       b2)   0,5-20 vekt% av minst én syre, eller av et  
salt av syren, med den generelle formel:



hvor A er et anion valgt blant mettede og  
umettede alifatiske grupper med 1-8 carbon-  
20 atomer, som eventuelt kan inneholde hyd-  
roxygrupper, såsom en rest av melkesyre,  
propionsyre, ravsyre, eplesyre, glycolsyre,  
glycerolsyre, vinsyre, citronsyre, glucon-  
syre, saccharinsyre, maursyre, eddiksyre,  
25 smørsyre, oxalsyre, maleinsyre eller ita-  
consyre eller en sulfat-, iodid-, bromid-,  
klorid-, thiosulfat-, propionat-, bicro-  
mat-, acetat- eller orthofosfatgruppe, og

C er et kation valgt blant natrium-,  
30 kalium-, calcium-, ammonium-, alkanolammo-  
nium-, magnesium-, jern- og kobberioner, og

c)   vann,

idet den totale mengde overflateaktive midler ( $a+b_1$ ) utgjør  
15-90%, og mengdeforholdet mellom den totale mengde anioniske  
35 overflateaktive midler og den totale mengde ikke-ioniske over-  
flateaktive midler er større enn 1.

2. Vaskemiddel ifølge krav 1,

k a r a k t e r i s e r t v e d at dessuten omfatter:

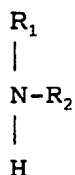
- d) minst ett ikke-vandig oppløsningsmiddel,
- e) minst ett ikke-ionisk overflateaktivt middel som
- 5 fluidiserer det konsentrerte vaskemiddel,
- f) minst ett hydrotropisk middel og/eller
- g) en syre som regulerer pH-verdien.

3. Vaskemiddel ifølge krav 2,

10 k a r a k t e r i s e r t v e d at den totale mengde over-  
flateaktive midler ( $a + b_1 + e$ ) er høyst 90 vekt%, og at for-  
holdet mellom den totale mengde anioniske overflateaktive mid-  
ler og den totale mengde ikke-ioniske overflateaktive midler  
er større enn 1.

15 4. Vaskemiddel ifølge krav 1 eller 2,

k a r a k t e r i s e r t v e d at det overflateaktive  
middel ( $b_1$ ) i det viskositetsregulerende middel omfatter et  
overflateaktivt middel valgt blant amidene av  $C_8$ - $C_{20}$ -fettsyrer  
20 og av aminer med formelen:

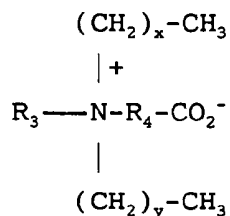


hvor  $R_1$  og  $R_2$  er like eller ulike og er valgt blant:

hydrogen eller en  $C_1$ - $C_4$ -alkylgruppe som er substituert med én  
eller flere OH-grupper;

30 mono- eller polyfunksjonelle syreamider med mettet alkylkjede  
eller umettet alkenylkjede, som kan være oxyethylenerte eller  
oxypropylenerte;

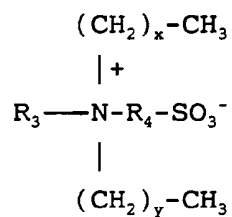
35 alkylbetainer med formelen:



5

hvor  $\text{R}_3$  er et alkyl- eller alkenylradikal med 8-20 carbonatomer,  $\text{R}_4$  er  $-(\text{CH}_2)_z-$  eller  $-\text{CH}_2-\text{CH}(\text{OH})-(\text{CH}_2)_z$ , hvor  $x$  og  $y$  er like eller ulike og er 0 eller et helt tall fra 1 til 5, og  $z$  er et helt tall fra 1 til 5;

alkylsulfobetainer med formelen:

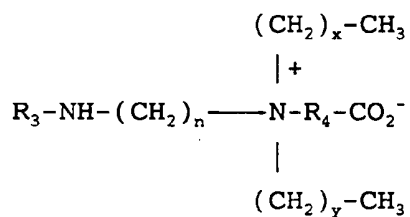


15

20

hvor  $\text{R}_3$ ,  $\text{R}_4$ ,  $x$ ,  $y$  og  $z$  er som ovenfor angitt;

alkylaminobetainer med formelen:



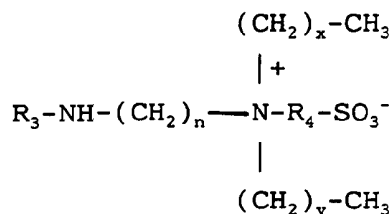
25

30

hvor  $\text{R}_3$ ,  $\text{R}_4$ ,  $x$ ,  $y$  og  $z$  har de ovenfor angitte betydninger og  $n$  er et helt tall på fra 1 til 6;

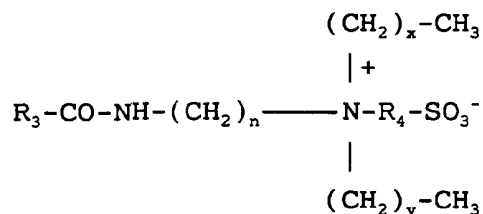
alkylaminosulfobetainer med formelen:

35



hvor  $\text{R}_3$ ,  $\text{R}_4$ ,  $x$ ,  $y$ ,  $z$  og  $n$  har de ovenfor angitte betydninger;

10 alkylamidofosfobetainer med formelen:



hvor  $\text{R}_3$ ,  $\text{R}_4$ ,  $x$ ,  $y$ ,  $z$  og  $n$  har de ovenfor angitte betydninger; idet fettsyreesterne og esterne av fettsyre og polyethoxylert og/eller polypropoxylert alkylpolyol inneholder fra 1 til 200 ethylenoxyd- og/eller propylenoxydradikaler, fettsyrene inneholder 8-20 carbonatomer og polyolene er valgt blant ethandiol-1,2, propandiol-1,2, butandiol-1,2, glycerin, sorbitan og glucose.

5. Vaskemiddel ifølge krav 1 eller 2, karakterisert ved at det inneholder minst 40 vekt% overflateaktive midler, og at det inneholder minst ett anionisk overflateaktivt middel (a) som praktisk talt ikke omfatter ioner som kan tenkes å danne utfellbare salter, for derigjennom å senke det konsentrerte vaskemiddels uklarhetspunkt.

6. Vaskemiddel ifølge krav 1, karakterisert ved at det overflateaktive middel ( $b_1$ ) som skal regulere viskositeten, er valgt blant kokosdiethanolamid, et amidofosfobetain hvor radikalet  $\text{R}_3$  er et mettet alkylradikal inneholdende 10-16 carbonatomer og  $\text{R}_4$   $-\text{CH}_2-\text{CHOH}-\text{CH}_2-$  og ethoxylert propylenglycoldioleat inneholdende

gjennomsnittlig 55 OE-enheter i molekylet.

7. Vaskemiddel ifølge krav 1-6,  
k a r a k t e r i s e r t v e d at det anioniske over-  
5 flateaktive middel (a) på forhånd er blitt nøytralisert.
8. Vaskemiddel ifølge krav 5,  
k a r a k t e r i s e r t v e d at det overflateaktive mid-  
del som skal senke uklarhetspunktet, utgjør mellom 0 og 50  
10 vekt% av det viskositetsregulerende overflateaktive middel.
9. Vaskemiddel ifølge krav 1 - 8,  
k a r a k t e r i s e r t v e d at det inneholder en blan-  
ding av ikke-ioniske overflateaktive midler for regulering av  
15 viskositeten, bestående av polyethoxylert propylenglycol-  
dioleat med 55 EO-enheter og kokosdiethanolamid.
10. Vaskemiddel ifølge krav 1 - 9,  
k a r a k t e r i s e r t v e d at det overflateaktive  
20 middel (a) utgjøres av en alkylarylsulfonsyre hvis alkylkjede  
inneholder 8-18 carbonatomer, og som er blitt nøytralisert med  
et amin inneholdende 1-3 hydroxyalkylgrupper.
11. Vaskemiddel ifølge krav 10,  
25 k a r a k t e r i s e r t v e d at det overflateaktive  
middel (a) utgjøres av en (C<sub>8</sub>-C<sub>14</sub>)-alkyl-benzensulfonsyre som  
er blitt nøytralisert med monoethanolamin i nærvær av ethanol  
og en ethoxylert alkohol inneholdende et C<sub>10</sub>-C<sub>12</sub>-alkylradikal og  
5 OE-enheter.
- 30 12. Vaskemiddel ifølge krav 11,  
k a r a k t e r i s e r t v e d at det overflateaktive mid-  
del (a) inneholder mindre enn 0,5 vekt% natriumklorid.
- 35 13. Vaskemiddel ifølge krav 12,  
k a r a k t e r i s e r t v e d at det overflateaktive mid-  
del (a) inneholder mindre enn 2 vekt% natriumsulfat.

14. Vaskemiddel ifølge krav 1 - 13,  
k a r a k t e r i s e r t v e d at oppløsningsmidlet er en  
alkohol valgt blant ethanol, isopropanol og blandinger derav.

5 15. Vaskemiddel ifølge krav 1 - 14,

k a r a k t e r i s e r t v e d at det inneholder:

15-90 vekt% av en blanding av minst ett anionisk  
overflateaktivt middel og minst ett over-  
flateaktivt middel som regulerer viskosite-  
ten,

10 0,5-20 vekt% av et oppløst salt,

0-10 vekt% av et alkoholisk oppløsningsmiddel,  
eventuelt en syre, og  
resten vann.

15

16. Vaskemiddel ifølge krav 15,

k a r a k t e r i s e r t v e d at det inneholder:

10-70 vekt% av minst ett anionisk overflateaktivt  
middel,

20

2-20 vekt% av minst ett overflateaktivt middel som  
regulerer viskositeten,

0,5-20 vekt% av et oppløst salt,

0-45 vekt% av et ikke-ionisk, fluidiserende over-  
flateaktivt middel,

25

0-10 vekt% av et alkoholisk oppløsningsmiddel, og  
resten vann.

17. Vaskemiddel ifølge krav 15 eller 16,

k a r a k t e r i s e r t v e d at det inneholder:

30

45% av monoethanolaminsaltet av alkyl(C<sub>10</sub>-C<sub>12</sub>)-ben-  
zensulfonsyre,

7% natriumlaurylethersulfat,

3% propylenglycoldioleat med 55 OE-enheter,

3% propylenglycol,

35

27% ethoxylert (C<sub>10</sub>-C<sub>12</sub>)-alkohol med 5 OE-enheter,

4% ammoniumlactat,

6% ethanol, og

resten vann.

18. Vaskemiddel ifølge krav 15 eller 16,

k a r a k t e r i s e r t v e d at det inneholder:

34% av triethanolaminsaltet av alkyl(C<sub>10</sub>-C<sub>12</sub>)-bensulfonsyre,

5 5% av en ethoxylert (C<sub>10</sub>-C<sub>12</sub>)-alkohol med 5 OE-enheter,

8,5% av et alkyl(C<sub>12</sub>-C<sub>14</sub>)-ethersulfat av natrium, med 2,2 OE-enheter,

11,9% kokosdiethanolamid,

10 1,2% av et ethoxylert propylenglycoldioleat med 55 OE-enheter,

1,2% propylenglycol,

3,5% ammoniumlactat,

5% 1M svovelsyre,

15 2% ethanol og

resten vann.

19. Fremgangsmåte for å regulere viskositeten V<sub>1</sub> av et

konsentrert, flytende vaskemiddel og viskositeten V<sub>2</sub> av det

20 fortynnede vaskemiddel som fås ved tilsetning av vann til det konsentrerte vaskemiddel,

k a r a k t e r i s e r t v e d at det til minst ett anionisk overflateaktivt middel, som eventuelt foreligger i blanding med minst ett ikke-ionisk overflateaktivt middel, tilset-

25 tes et viskositetsregulerende middel som utgjøres av en kombinasjon av minst ett ikke-ionisk, amfotert eller switcherionisk overflateaktivt middel og en syre eller et oppløst salt av syren, slik disse forbindelser er angitt i krav 1.

173246

