

19



Octrooiraad
Nederland

11

Publikatienummer: **9401844**

12 A TERINZAGELEGGING

21

Aanvraagnummer: **9401844**

51

Int.Cl.⁶:
C11D 17/06

22

Indieningsdatum: **07.11.94**

30

Voorrang:
11.11.93 GB 9323300

71

Aanvrager(s):
Unilever N.V. te Rotterdam

43

Ter inzage gelegd:
01.06.95 I.E. 95/11

72

Uitvinder(s):
Jelles Vincent Boskamp te Vlaardingen

74

Gemachtigde:
Mr.Dr. J.H. Kan c.s.
Unilever N.V. Patent Division
Postbus 137
3130 AC Vlaardingen

54

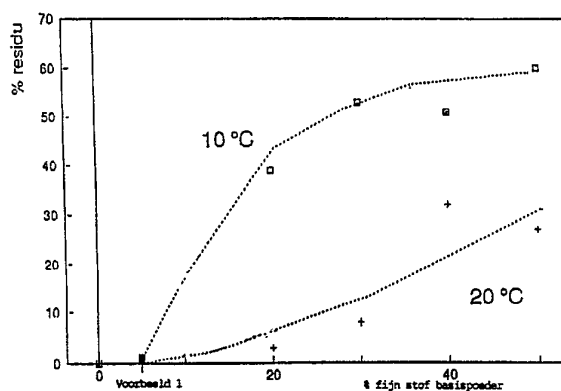
Wasmiddelsamenstelling

57

Een korrelvormige wasmiddelsamenstelling, welke een oppervlakte-actieve stof en een de waskracht versterkend middel ("builder") bevat en waarvan de poreusheid der deeltjes niet meer dan 10% poriënvolume bedraagt, waarbij de deeltjesgrootteverdeling der deeltjes zodanig is, dat niet meer dan 10% der deeltjes een deeltjesgrootte van niet meer dan 180 micron bezit, en een meng/verdichtingswerkwijze ter bereiding daarvan worden beschreven.

Residu in doseerinrichting

als functie van het gehalte aan fijn stof



Figuur 1

NL A 9401844

De aan dit blad gehechte stukken zijn een afdruck van de oorspronkelijk ingediende beschrijving met conclusie(s) en eventuele tekening(en).

WASMIDDELSAMENSTELLING

Deze uitvinding heeft betrekking op een wasmiddel-
samenstelling, en in het bijzonder op een korrelvormige
5 wasmiddelsamenstelling met een kleine hoeveelheid fijne
deeltjes.

Het gebruik van wasmiddelsamenstellingen voor het wassen
van textiel in een wasmachine brengt in het algemeen met
10 zich mee dat de wasmiddelsamenstelling aan het wasgoed moet
worden toegevoerd met behulp van een doseerinrichting.
Wasmachines hebben normaliter een daarmee een geheel
vormende doseerlade, waarin het wasmiddel kan worden
gedoseerd en vervolgens vanuit de lade in het
15 wascompartiment kan worden gespoeld. Doseerinrichtingen die
in het wascompartiment van de wasmachine zijn geplaatst van
waaruit de wasmiddelsamenstelling wordt gedoseerd, zijn
eveneens bekend.

20 Het is wenselijk dat de wasmiddelsamenstelling in het
wasgoed wordt gedoseerd zonder dat er al te veel afzetting
in de doseerinrichting achterblijft. Een slechte dosering
is minder gewenst, daar dit verlies aan poeder veroorzaakt,
de dosis poeder die het wasgoed bereikt minder nauwkeurig
25 is, met als gevolg een weinig doelmatig wasprogramma, het
residu in de doseerinrichting een onaantrekkelijke aanblik
biedt en de inrichting tussen twee wasbeurten door moet
worden gereinigd. In het algemeen wordt een residu van meer
dan ca. 10% van het gedoseerde poeder als onaanvaardbaar
30 beschouwd en geniet een residu van minder van ca. 5% de
voorkeur.

Doseerproblemen deden zich met name voor bij het gebruik
van waspoeders met een hoog stortgewicht. Aangenomen wordt
35 dat de geringe poreusheid der deeltjes van deze poeders de
doseerproblemen kan verergeren. Voorts kan de temperatuur
van het waswater van invloed zijn op de doseereigenschappen

940 1844

van het poeder; in het bijzonder kan er meer residu achterblijven bij lagere temperaturen van het waswater. Waswatertemperaturen van beneden 20°C, en in sommige gevallen van beneden 10°C, worden toegepast, en het is
5 wenselijk dat de dosering van het poeder bij dergelijke temperaturen, en ook bij een lage waterdruk, op een bevredigende wijze verloopt.

Waspoeders kunnen worden bereid met behulp van een
10 sproeidroogproces maar de poeders met een hoog stortgewicht worden gewoonlijk bereid met behulp van een werkwijze waarbij o.a. langs mechanische weg wordt gemengd, bijvoorbeeld zoals beschreven in EP 367.339 t.n.v. Unilever. Het produkt van een dergelijk mengproces wordt
15 hierin basispoeder genoemd. Verdere bestanddelen kunnen dan met het basispoeder worden gemengd ter verkrijging van een compleet wasmiddelprodukt.

Gebleken is dat een hoog stortgewicht bezittende poeders
20 met uitstekende doseereigenschappen kunnen worden verkregen door de deeltjesgrootteverdeling van het basispoeder zodanig te reguleren dat het gehalte aan fijne deeltjes een bepaalde hoeveelheid niet overschrijdt.

25 Volgens een eerste aspect van de uitvinding wordt derhalve een korrelvormige wasmiddelsamenstelling met een hoog stortgewicht verschaft welke een oppervlakte-actieve stof en een de waskracht versterkend middel ("builder" genoemd) bevat en waarvan de poreusheid der deeltjes niet hoger is
30 dan 10% poriënvolume, waarbij de deeltjesgrootteverdeling der deeltjes zodanig is, dat niet meer dan 10% der deeltjes een grootte bezit van niet meer dan 180 micron.

Bij voorkeur wordt de wasmiddelsamenstelling gemengd met
35 nog een bestanddeel om een compleet wasmiddelprodukt te verkrijgen.

940 1844

Doelmatigheidshalve bezit de wasmiddelsamenstelling een stortgewicht van tenminste 750 g/l, en bij voorkeur tenminste 800 g/l. Bij voorkeur bedraagt de poreusheid der deeltjes niet meer dan 8% poriënvolume. In het ideale geval
5 ligt de poreusheid tussen 3 en 8% poriënvolume teneinde een aantrekkelijke combinatie van doseer- en oplossings-eigenschappen te verkrijgen.

De poreusheid der deeltjes kan op geschikte wijze worden
10 bepaald met behulp van een kwikporositeitsmeting.

Bij voorkeur is de deeltjesgrootteverdeling van het poeder zodanig, dat niet meer dan 5% der deeltjes een deeltjesgrootte bezit die niet meer is dan 180 micron.
15 Voorts bevat de samenstelling bij voorkeur geen aanzienlijke hoeveelheid grote deeltjes, die men als "bovenmaatse" deeltjes zou kunnen typeren. Bij voorkeur is de deeltjesgrootteverdeling van het poeder zodanig, dat niet meer dan 10%, en met bijzondere voorkeur niet meer dan
20 5% der deeltjes groter is dan 1400 micron, en in het ideale geval niet meer dan 1000 micron.

Doelmatigheidshalve bezit de wasmiddelsamenstelling een gemiddelde deeltjesgrootte van 200 tot 1300 micron, bij
25 voorkeur van 400 tot 1000 micron, en met bijzondere voorkeur van 500 tot 750 micron. Desgewenst kan de samenstelling een poeder- of korrelvorm bezitten.

Doelmatigheidshalve kan op grond van de doseereigenschappen
30 van een samenstelling volgens de uitvinding een residu worden verkregen van minder dan 10%, en bij voorkeur minder dan 5% van het poeder dat gedoseerd in een afgifte-inrichting van het merk PHILIPS AWB 126/127 wordt toegediend bij een watertemperatuur van 20°C, bij voorkeur
35 10°C, en een waterstroomsnelheid van 5 liter per minuut gedurende een tijdsduur van 1 minuut.

940104

De poeders volgens de onderhavige uitvinding hebben het voordeel dat daarmee een uitstekende dosering wordt verschaft, en daardoor een juiste dosering van het poeder tijdens het wassen wordt verkregen, waardoor beduidend
5 minder verlies optreedt en de doseerinrichting minder behoeft te worden gereinigd.

Volgens een tweede aspect verschaft de uitvinding een werkwijze ter bereiding van een wasmiddelsamenstelling met
10 een stortgewicht van meer dan 750 g/l, welke het mengen omvat van de bestanddelen der samenstelling, waarbij deeltjes worden verkregen, en de deeltjes zodanig worden verdicht, dat deze een poreusheid van niet meer dan 10% poriënvolume vertonen en de deeltjes zodanig worden
15 gesorteerd, dat niet meer dan 10% der deeltjes een deeltjesgrootte van niet meer dan 180 micron bezit.

De bestanddelen van de samenstelling kunnen in dezelfde of in afzonderlijke apparatuur worden gemengd en verdicht. De
20 werkwijze kan naar wens continu of chargegewijs worden uitgevoerd.

Bij voorkeur worden de bestanddelen der samenstelling gemengd in een menginrichting waarbij hoge afschuifkrachten
25 optreden, bijvoorbeeld in een Lödige CB30 Recycler, gedurende 5 tot 30 seconden, en de mengsnelheid in het apparaat doelmatigheidshalve 100 tot 2500 omwentelingen per minuut bedraagt, afhankelijk van de mate van verdichting en de vereiste deeljesgrootte. Desgewenst kan worden
30 gegraneleerd met behulp van een menginrichting met een laag toerental waarbij matige afschuifkrachten optreden, bijvoorbeeld in een menginrichting van het merk Lödige KM300 Ploughshare, gedurende 1 tot 10 minuten en bij een mengsnelheid van 40 tot 160 omwentelingen per minuut in het
35 apparaat. Desgewenst kan in een menginrichting van het merk FUKAE het proces chargegewijs worden uitgevoerd.

9401844

Desgewenst kunnen ook andere menginrichtingen, o.a. die welke bij Draais Schrugli worden vervaardigd, worden toegepast.

- 5 De componenten der samenstelling kunnen afzonderlijke bestanddelen bevatten, welke deeltjes een veelvoud aan bestanddelen bevatten, die hierin toevoegsels en/of deeltjes van een gesproeidroogd poeder worden genoemd. De werkwijze kan derhalve zonder sproeitors worden
- 10 uitgevoerd, waarbij niet wordt gesproeidroogd, of ook met behulp van een werkwijze waarbij het produkt na het verlaten van de sproeitors wordt behandeld, waarbij de bestanddelen van de samenstelling, die gemengd en verdicht worden, het produkt van een sproeidroogproces bevatten.
- 15
- De deeltjes kunnen met behulp van onverschillig welk geschikt middel worden gesorteerd, bijvoorbeeld door te zeven. Voorts verdient het de voorkeur dat, na het mengen en verdichten, de deeltjes worden gedroogd en/of afgekoeld,
- 20 bij voorkeur in een gefluïdiseerd bed. Het is doelmatig als het gefluïdiseerde bed wordt toegepast om een overmaat aan fijne deeltjes in het poeder te verwijderen. In het bijzonder wanneer er gedroogd of gekoeld wordt, kan eluering van fijne deeltjes worden verkregen, daar de
- 25 lagere temperatuur van het poeder en/of de vochtigheid de doelmatigheid bij het verwijderen van fijne stofdeeltjes kunnen verhogen.

- Desgewenst kunnen fijne deeltjes die uit de samenstelling
- 30 worden verwijderd, waarbij een stofgehalte van niet meer dan 10% wordt verkregen, naar de meng- en/of verdichtingsfase worden teruggevoerd.

- Desgewenst kunnen extra bestanddelen aan de samenstellingen
- 35 volgens de uitvinding worden nagedoseerd, waarbij een compleet produkt wordt verkregen dat een zodanige deeltjesgrootteverdeling dient te bezitten, dat niet meer

9401244

dan 10% der deeltjes een deeltjesgrootte bezit van niet meer dan 180 micron.

De wasmiddelsamenstellingen volgens de onderhavige
5 uitvinding bevatten gewoonlijk een oppervlakte-actieve stof en buildermateriaal en kunnen eveneens bleekcomponenten en andere actieve ingrediënten bevatten om de waswerking en eigenschappen te verbeteren. De oppervlakte-actieve stof kan worden gekozen uit zeep en niet uit zeep bestaande,
10 anionogene, niet-ionogene, amfotere, kationogene en/of zwitterionogene stof. Anionogene oppervlakte-actieve stoffen, bijvoorbeeld lineaire alkylbenzeensulfonaten, primaire en secundaire alkylsulfaten, olefinesulfaten, vetzure estersulfonaten en alkylethersulfaten, en niet-
15 ionogene oppervlakte-actieve stoffen, bijvoorbeeld primaire en secundaire alcoholethoxylaten, alkylpolyglycosiden en glycerolmonoëthers genieten de voorkeur. Geschikte voorbeelden hiervan worden in de literatuur beschreven, bijvoorbeeld in "Surface Active Agents and Detergents",
20 delen I en II van Schwartz, Perry en Birch. De totale hoeveelheid oppervlakte-actieve stof bedraagt doelmatigheidshalve 5 tot 40 gew.% van de samenstelling.

Het buildermateriaal kan anorganische en/of organische
25 builders bevatten. Geschikte builders zijn o.a. natriumcarbonaat, aluminosilicaten, bij voorkeur zeolieten, bijvoorbeeld ZEOLITE A24, fosfaten en polymere builders, bijvoorbeeld polycarboxylaten en acryl/maleïnezure copolymeren. Het buildermateriaal kan een silicaat
30 bevatten, bij voorkeur een met kristallijn gelaagd silicaat en eventueel een zeoliet en/of een zout, bijvoorbeeld citraat. Het is doelmatig als het buildermateriaal aanwezig is in een hoeveelheid van 10 tot 80 gew.%, en bij voorkeur van 15 tot 60 gew.% van de samenstelling.

35

De samenstelling kan een op zuurstof- of chloor-gebaseerd bleeksysteem bevatten. Perzuurstof-vrijmakende bleek-

940124

verbindingen, bijvoorbeeld anorganische perzouten en organische peroxyzuren, genieten de voorkeur. Percarbonaat heeft de bijzondere voorkeur. Het is doelmatig als het bleekmiddel aanwezig is in een hoeveelheid van 5 tot 35 5 gew.%, en bij voorkeur 10 tot 25 gew.%.

Eveneens kan een bleekactivator aanwezig zijn, bijvoorbeeld tetraacetyl ethyleendiamine (TAED), doelmatigheidshalve in een hoeveelheid van 1 tot 8 gew.% van de samenstelling.

10

Desgewenst kunnen ook andere, normaliter toegepaste bestanddelen aanwezig zijn in de samenstelling zoals bijvoorbeeld silicaat, optisch bleekmiddel, carbonaat, sulfaat, poeder-structurerend enzym, parfum, verfstoffen.

15 Deze lijst dient niet als volledig te worden beschouwd.

De uitvinding zal worden toegelicht aan de hand van de volgende Voorbeelden.

20 Voorbeeld 1

Een samenstelling volgens de onderhavige uitvinding met de hierondergenoemde bestanddelen werd bereid door menging van de bestanddelen in een menginrichting van het merk Lödige CB30 Recycler, waarbij deeltjes van de samenstelling werden 25 verkregen en de deeltjes vervolgens werden verdicht en geagglomereerd, waarbij een poeder werd verkregen met een gemiddelde deeltjesgrootte variërende van 550 tot 700 micron, minder dan 10% poreusheid en een stortgewicht van meer dan 750 g/l. Verscheidene bestanddelen, o.a. bestaande 30 uit percarbonaat-bleekmiddel, bleekactivator, natriumsilicaat, natriumcarbonaat, enzym, optisch bleekmiddel en parfum, werden aan het poeder nagedoseerd, waarbij een compleet poeder werd verkregen dat ca. 60% van het verdichte poeder en ca. 40% nagedoseerde stoffen 35 bevatte.

9401844

Het verdichte poeder bevatte de volgende materialen :

	<u>Gewichtsdelen</u>
Anionogene oppervlakte-actieve stof	
5 (Na-Pas)	10
Niet-ionogene oppervlakte-actieve stof	22
Zeep	3
Zeoliet A24	55
Natriumcarbonaat	2
10	

Het verdichte poeder werd gezeefd en de hoeveelheid deeltjes met een deeltjesgrootte van minder dan 180 micron bedroeg minder dan 5%.

15 Vergelijkende Voorbeelden

Vergelijkbare produkten werden bereid met dezelfde samenstelling als beschreven in Voorbeeld 1, doch daarbij was de hoeveelheid deeltjes verdicht poeder met een deeltjesgrootte van minder dan 180 micron groter dan 10%,
20 nl. 20%, 30% en 40%.

Voorbeeld 2

De doseereigenschappen van de volgens Voorbeeld 1 en het Vergelijkende Voorbeeld bereide samenstellingen werden
25 beproefd door 100 g van de samenstelling in een doseerinrichting van het merk PHILIPS AWB 126/127 te plaatsen en water door de doseerinrichting te leiden met een stroomsnelheid van 5 liter per minuut gedurende 1 minuut, bij een druk van 0,5 atm., en de hoeveelheid in de
30 doseerinrichting achtergebleven residu te meten als percentage van de totale samenstelling. De proeven werden uitgevoerd met water bij een temperatuur van 10°C en 20°C.

De resultaten staan vermeld in grafische voorstelling in de
35 aangehechte Figuur 1, welke aantoon dat met samenstellingen met een laag gehalte aan fijn stof uitstekende doseereigenschappen worden verkregen, en in het

9401644

bijzonder dat met samenstellingen met een fijn stofgehalte van niet meer dan 5% geen significant verschil in doseereigenschappen bij 10°C en 20°C optreedt.

CONCLUSIES

1. Korrelvormige wasmiddelsamenstelling welke een oppervlakte-actieve stof en een de waskrachtversterkend
5 middel ("builder") bevat en waarvan de poreusheid der deeltjes niet meer dan 10% poriënvolume bedraagt, waarbij de deeltjesgrootteverdeling der deeltjes zodanig is, dat niet meer dan 10% der deeltjes een deeltjesgrootte bezit van niet meer dan 180 micron.
10
2. Samenstelling volgens Conclusie 1, waarbij niet meer dan 5% der deeltjes een deeltjesgrootte bezit van niet meer dan 180 micron.
- 15 3. Samenstelling volgens Conclusie 2, waarbij de poreusheid der deeltjes 3 tot 8% poriënvolume bedraagt.
4. Samenstelling volgens een of meer der voorgaande Conclusies, waarbij niet meer dan 10% der deeltjes een
20 deeltjesgrootte van meer dan 1400 micron bezit.
5. Samenstelling volgens een of meer der voorgaande Conclusies, waarbij een residu van minder dan 10% van de samenstelling wordt verkregen bij dosering met behulp van
25 een doseerinrichting van het merk PHILIPS AWB 127/127 bij een watertemperatuur van van 20°C en een waterstroomsnelheid van 5 liter per minuut gedurende een tijdsduur van 1 minuut.
- 30 6. Samenstelling volgens een of meer der voorgaande Conclusies, welke een anionogene oppervlakte-actieve stof, een niet-ionogene oppervlakte-actieve stof, en een builder bevat, welke bij voorkeur een silicaat en een zeoliet bevat.
35

9401044

7. Wasmiddelprodukt dat een wasmiddelsamenstelling bevat, zoals nader beschreven in een of meer der voorgaande Conclusies, en nog een bestanddeel, bij voorkeur een percarbonaat bleekmiddel, dat daarmee vermengd is.

5

8. Werkwijze ter bereiding van een wasmiddelsamenstelling met een stortgewicht van meer dan 750 g/l, welke het mengen der bestanddelen van de samenstelling omvat, waarbij deeltjes worden verkregen, en
10 de deeltjes zodanig worden verdicht, dat deze een poreusheid van niet meer dan 10% poriëngewicht vertonen en de deeltjes zodanig worden verdicht, dat niet meer dan 10% der deeltjes een deeltjesgrootte bezit van niet meer dan 180 micron.

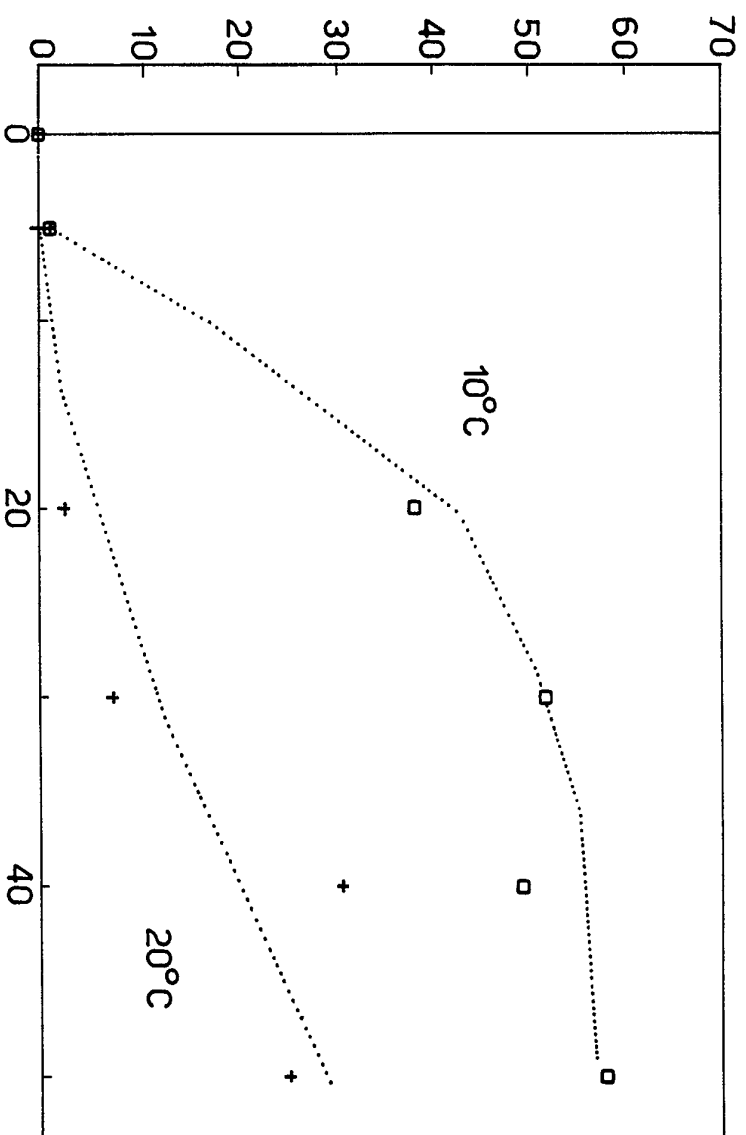
15

9. Werkwijze volgens Conclusie 8, waarbij enige bestanddelen der samenstelling onder hoge afschuifspanning gemengd worden bij een mengsnelheid van 100 tot 2500 omwentelingen per minuut en vervolgens worden afgekoeld
20 en/of gedroogd.

10. Werkwijze volgens Conclusie 9, waarbij de bestanddelen der samenstellingen onder matige afschuifspanning worden gemengd bij een mengsnelheid van 40
25 tot 160 omwentelingen per minuut vòòr of onmiddellijk nadat de hoge afschuifspanning optreedt.

9 4 0 1 8 4 4

Fig.1.



9401844