

**KÖZZÉTÉTELI
PÉLDÁNY**

61.217/BE
73067

2931/95

K I V O N A T

A

Szekunder (2,3) alkil-szulfát felületaktív szerek kevert felületaktív részecskékben

THE PROCTER & GAMBLE COMPANY, Ohio, US

A bejelentés napja: 1994. 04. 05.

Elsőbbsége: 1993. 04. 08. (08/045,746)US

A nemzetközi bejelentés száma: PCT/US94/03700

A nemzetközi közzététel száma: WO 94/24242

A találmány tárgyát kevert felületaktív részecskékben levő szekunder (2,3) alkil-szulfát felületaktív anyagok képezik. Ezek a részecskék az illető szekunder (2,3) alkil-szulfát mellett oldódást elősegítő másodlagos felületaktív anyagokat, és hagyományos, poralakú mosószer alkotórészeket és töltőanyagokat tartalmaznak. Ezen anyagok keveréke nagy aktivitású, gördülékeny, csökkent összetapadási vagy összecsomósodási képességgel rendelkező részecskéket ad, amelyek vízben jól oldhatók és így alkalmassá válnak szemcsés, hagyományos és koncentrált mosószer készítményekben való felhasználásra még hidegvizes mosási körülmények között is.

lin

**KÖZZÉTÉTELI
PÉLDÁNY**

1 154 3

2931/95

A

S.B.G. & K.
Nemzetközi
Szabadalmi iroda
II-1062 Budapest, Andrássy út 113.
Telefon: 34-24-950, Fax: 34-24-323

61.217/BE

Szekunder (2,3) alkil-szulfát felületaktív szerek kevert felületaktív részecskéiben

THE PROCTER & GAMBLE COMPANY, CINCINNATI, Ohio, US

Feltalálók:

MURCH Bruce Prentiss, CINCINNATI, Ohio, US

MORRALL Stephen William, GUILFORD, Indiana, US

A bejelentés napja: 1994. 04. 05.

Elsőbbsége: 1993. 04. 08. (08/045,746) US

A nemzetközi bejelentés száma: PCT/US94/03700

A nemzetközi közzététel száma: WO 94/24242

A találmány tárgyát szekunder (2,3) alkil-szulfát felületaktív anyagokat és egy vagy több másodlagos felületaktív anyagot tartalmazó felületaktív részecskék képezik. Úgy véljük, hogy a másodlagos felületaktív anyagok megbontják a szekunder (2,3) alkil-szulfátok kristályosságát és ezáltal jelentősen megnövelik a részecskék oldhatóságát vízben. Így az oldható részecskék megfelelőek szemcsés mosószer készítményekben való alkalmazásra, még hidegvizes mosási körülmények között is.

A legtöbb hagyományos granulált mosószer készítmény sokféle szennyeződésnek és foltnak a felületekről való eltávolítása céljából különböző tisztító hatású felületaktív anyagokat tartalmaz. Például különböző anionos felületaktív anyagok, különösen az alkil-benzolszulfonátok szemcsés szennyeződések eltávolítására alkalmazhatók, és különböző nemionos felületaktív anyagok, például az alkil-etoxilátok és alkil-fenil-etoxilátok zsíros foltok eltávolítására alkalmazhatók. A szekunder (2,3) alkil-szulfátokat a felületaktív anyagok egy olyan osztálya tartalmazza, amelyet különböző készítményekben korlátozottan alkalmazhatónak találtak, ott, ahol emulgeálás kívánatos. A hagyományos szekunder (2,3) alkil-szulfátok általában szulfatált, lineáris és vagy részlegesen elágazó alkánok képlékeny, véletlenszerű (random) keverékeiként állnak rendelkezésre. Az ilyen anyagokat nem használják elterjedten a mosodai felületaktív anyagokban, mivel nem nyújtanak különleges előnyöket az alkil-benzolszulfonátokkal szemben. Azonkívül hajlamosak arra, hogy az alkil-benzolszulfonátokénál alacsonyabb lobbanásponttal rendelkezzenek.

A korszerű granulált mosodai mosószereket "sűrített" formá-

ban képezik, ami jelentős előnyöket nyújt mind a fogyasztónak, mind a gyártónak. A fogyasztó számára a sűrített termékekkel együttjáró kisebb csomagméret könnyű kezelést és tárolást biztosít. A gyártó számára kisebbek az egységnyi tárolási költségek, szállítási költségek és csomagolási költségek.

Elfogadható sűrített, granulált mosószerek előállítása nem megy nehézségek nélkül. Egy jellemző sűrített készítményből az úgynevezett "inert" alkotórészt, például nátrium-szulfátot kihagyják. Az ilyen alkotórészek azonban szerepet játszanak a mosószer részecskék oldhatóságának növelésében; ennél fogva a sűrített forma gyakran küzd oldhatósági problémákkal. Azonkívül a hagyományos kis sűrűségű mosószer szemcséket rendszerint porlasztva szárítási eljárásokkal állítják elő, amely porózus mosószer részecskéket eredményez, amelyek a vizes mosodai oldatban teljesen oldhatóvá tehetőek. Ezzel szemben a sűrített készítmények jellemzően alapvetően kevésbé porózus, nagy sűrűségű mosószer részecskéket tartalmaznak, amelyek kevésbé tehetőek oldhatóvá. Általában, mivel a granulált mosószerek sűrített formája jellemzően olyan részecskéket tartalmaz, amelyek nagy mennyiségű tisztító hatású alkotórészt tartalmaznak és az oldódást elősegítő szerek számára kevés helytel rendelkeznek, és mivel az ilyen részecskéket szándékosan nagy térfogatsűrűséggel állítják elő, a tiszta végeredmény egy jelentős probléma, a felhasználási oldhatóság tekintetében.

Továbbá a granulált mosószerek "összetapadásával" és "csomósodásával" társuló problémák hangsúlyt kaphatnak mind a porlasztva szárított, mind a sűrített mosószer termékeknél, ami-

kor különböző felületaktív anyagok és másodlagos felületaktív anyagok keverékeit alkalmazzák bennük. Az előállító számára az omlós, szabadon áramló granulált mosószer biztosítása egy kihívás marad.

Felismertük, hogy a szekunder alkil-szulfátok egy alosztálya, a találmányban szekunder (2,3) alkil-szulfátoknak nevezettek ("SAS"), a mosószer készítmények gyártóinak és felhasználóinak is jelentős előnyöket nyújtanak. A szekunder alkil-(2,3) szulfátok például rendelkezésre állnak száraz, szemcsés szilárd anyagként, amely vizes közegben jobban oldódik, mint hasonló lánc hosszúságú hasonló primer alkil-szulfátjaik. Ennek megfelelően ezeket gyorsan oldódó, nagyon felületaktív (azaz "nagy aktivitású") részecskékként alakíthatjuk ki a granulált mosodai mosószerekben való alkalmazáshoz. Továbbá azt is megállapítottuk, hogy a szemcsés szekunder (2,3) alkil-szulfátok oldhatósága lehetővé teszi, hogy koncentrált, nagy sűrűségű formában állítsuk őket elő, ami most jön divatba a granulált mosodai mosószereknél. Mivel megfelelő gondossággal végzett gyártással a szekunder (2,3) alkil-szulfátok szilárd, szemcsés formában állnak rendelkezésre, a granulált mosószer készítményekbe, porlasztva szárító tornyokon való átbocsájtás szükségessége nélkül, szárazon belekeverhetjük őket. A szekunder (2,3) alkil-szulfátok eddig látható előnyeinek kívül megállapítottuk, hogy azok mind aerob, mind anaerob módon lebonthatók, ami elősegíti a környezetben való lerakásukat. Továbbá a tisztító hatású enzimekkel szemben megnövekedett kompatibilitást mutatnak, különösen kalciumionok jelenlétében.

Nagy jelentőséggel bír az a felismerés, hogy a szemcsés szekunder (2,3) alkil-szulfátokat különböző másodlagos felületaktív anyagokkal kombinálhatjuk nagy aktivitású, kevert felületaktív részecskék nyerésére, amelyek gördülékenyek és csökkent összetapadási vagy összezsomósodási készséggel rendelkeznek. Továbbá úgy találtuk, hogy a szekunder (2,3) alkil-szulfátoknak (SAS) különböző másodlagos felületaktív anyagokkal, különösen polihidroxi-zsírsav-amid felületaktív anyagokkal (PFAS), alkil-etoxilát felületaktív anyagokkal (AE) és primer alkil-szulfát felületaktív anyagokkal (AS), kevert SAS/PFAS/AE/AS részecskék biztosítására való összekeverése a hideg vízben való oldhatóság alapvető és figyelemreméltó javulását eredményezi. Bár nem akarjuk, hogy az elmélet korlátozzon bennünket, úgy tűnik, hogy ez az oldhatóságnövekedés az SAS kristályosságának a másodlagos felületaktív anyagok által való megbontásának következménye lehet. Bármilyen is az oka, a jobb oldhatóság jelentős előny hidegvizes körülmények között (például 5°C-tól körülbelül 30°C-ig terjedő hőmérséklettartományban), ahol a granulált mosószerek oldódási sebessége vizes mosóoldatban problémás lehet. Az itt elért jobb oldhatóság természetesen jelentős előny akkor is, amikor a modern kompakt vagy sűrű mosószer szemcséket állítjuk elő, ahol az oldhatóság gondot okozhat. A találmány szerinti kevert részecskéket alkalmazhatjuk, mind a kis sűrűségű, mind a nagy sűrűségű granulált mosodai mosószer késztermék típusok előállítására.

Granulátumok előállítására alkalmas számos eszközt és berendezést közölnek az irodalomban és ezek közül néhányat alkalmaznak a mosószer szakmában. Lásd például: a U.S. 5 133 924;

EP-A-367 339; EP-A-390 251; EP-A-340 013; EP-A-327 963;
EP-A-337 330; EP-B-229 671; 2-191 396; JP-A-6 106 990;
EP-A-342 043; GB-B-2 221 695; EP-B-240 356; EP-B-242 138;
EP-A-242 141; U.S. 4 846 409; EP-A-420 317; U.S. 2 306 698;
EP-A-264 049; U.S. 4 238 199; DE 4 021 476 számú szabadalmi iratokban.

Különböző "szekunder" és elágazó alkil-szulfátokat tartalmazó mosószer készítményeket közölnek különböző szabadalmi leírásokban; lásd: U.S. 2 900 346 számú (Fowkes et al); U.S. 3 468 805 számú (Grifo et al); U.S. 3 480 556 számú (DeWitt et al); U.S. 3 681 424 számú (Bloch et al); U.S. 4 052 342 számú (Fernley et al); U.S. 4 079 020 számú (Mills et al); U.S. 4 235 752 számú (Rossall et al); U.S. 4 529 541 számú (Wilms et al); U.S. 4 614 612 számú (Reilly et al); U.S. 4 880 569 számú (Leng et al); U.S. 5 075 041 számú (Lutz); U.K. 818 367 számú (Bataafsche Petroleum); U.K. 1 585 0 30 számú (Shell) GB 2 179 054A számú (Leng et al) (megfelel a GB 2 155 031 számú szabadalmi iratnak); szabadalmi iratokat. A U.S. 3 234 258 számú (Morris) szabadalmi irat α -olefineknek kénsav, egy olefin reakciós partner és egy kis forráspontú, nemionos, szerves kristályosítási közeg alkalmazásával való szulfatálására vonatkozik.

A találmány tárgya szilárd, szekunder (2,3) alkil-szulfát felületaktív anyagok alkalmazása "nagy aktivitású", vízben oldható felületaktív részecskék előállítására, amelyek egy megvalósításban legalább körülbelül 80 tömeg%, és egy másik megvalósításban legalább körülbelül 35 tömeg% tisztító hatású felületaktív anyagkeveréket tartalmaznak, amely keverék az illető szekun-

der (2,3) alkil-szulfát felületaktív anyagot egy vagy több oldódást elősegítő másodlagos felületaktív anyaggal kombinációban tartalmazza.

Így a találmány olyan felületaktív részecskéket foglal magában, amelyek az összes felületaktív anyagnak legalább körülbelül 80 tömeg%-át tartalmazzák, és az illető felületaktív anyagok (a) és (b) egy keverékéből állnak:

- (a) egy 10-20 szénatomos szekunder (2,3) alkil-szulfát felületaktív anyag; és
- (b) legalább körülbelül 1 tömeg% oldódást elősegítő másodlagos felületaktív anyag.

Az előzőekben említett típusú előnyös részecskék előnyösen legalább körülbelül 40 tömeg%, még előnyösebben legalább körülbelül 75 tömeg% 14-18 szénatomos szekunder (2,3) alkil-szulfát felületaktív anyagot vagy ezek keverékeit tartalmazzák.

A találmány szerinti egyik típusú részecske az, amelyben a másodlagos felületaktív anyag egy nemionos felületaktív anyag, amely előnyösen nem több a felületaktív anyagkeverék 25 tömeg%-ánál. A megfelelő nemionos másodlagos felületaktív anyagokat etoxilált alkoholok, etoxilált alkil-fenolok, polihidroxizsír-savamid-amidok és alkil-poliglükózidok és zsír-etanol-amidok csoportjából választjuk ki.

Egyéb, a korábban közölt részecskékben alkalmazható másodlagos felületaktív anyagok az alkil-etoxi-szulfátok és a primer alkil-szulfátok. Máshogyan, a másodlagos felületaktív anyagkomponens polihidroxizsír-savamid, primer alkil-szulfát és alkil-etoxi-szulfát, egy jellemzően körülbelül 1:1:1 arányú keverékét

tartalmazhatja.

Azok a találmánybeli előnyös, nem tapadós, gördülékeny részecskék, amelyekben a felületaktív anyagok plusz a részecskék előállításában alkalmazott másodlagos felületaktív anyagok nedvességtartalma a gyártási eljárás alatt körülbelül 20 tömeg%-nál kevesebb.

Fel kell ismerni a gyártónak azon igényét, hogy a felületaktív anyagkeverék 20 tömeg%-nál nagyobb mennyiségben tartalmazzon nemionos felületaktív anyagokat. Ezek a nagyobb részarányok előnyösek lehetnek az oldhatóságra és a teljesítményre, de gyakran nehéz belefoglalásuk, vagy a nemionos felületaktív anyag folyadéktermészete miatt vagy a szilárd nemionos felületaktív anyag korlátozott oldhatósága miatt.

A 20%-nál több nemionos anyagot tartalmazó száraz, szilárd szekunder (2,3) alkil-szulfát felületaktív anyagkészítmények alkalmazása lehetővé teszi mindkét alkotórészből a részecskeképzést és az oldhatóvá tételt, azonban gördülékeny részecske kialakításához rendszerint száraz segédanyagok alkalmazását teszi szükségessé. Ilyen esetekben szükséges lehet, hogy a száraz alkotórészeket a részecske 20%, gyakran 50%-át meghaladó arányban tegyük bele.

A találmány így felölel egy olyan vízben oldható, az összes felületaktív anyagnak legalább körülbelül 35 tömeg%-át tartalmazó, agglomerált felületaktív részecskét is, amely:

(a) az illető összes, 10-20 szénatomos, előnyösen 14-18

szénatomos szekunder (2,3) alkil-szulfát felületaktív anyagból legalább körülbelül 35 tömeg%-ot, előnyösen leg-

alább körülbelül 40 tömeg%-ot;

(b) egy oldódást elősegítő másodlagos felületaktív anyagot az összes felületaktív anyagra legalább körülbelül 20 tömeg% mennyiségben;

(c) az agglomerált részecske fennmaradó részében hagyományos, poralakú mosószer alkotórészeket és töltőanyagokat tartalmaz.

Ilyen agglomerált részecskék azok, amelyekben a másodlagos felületaktív anyag egy, nemionos etoxilált alkoholokból, etoxilált alkil-fenolokból, polihidroxizsírsav-amidokból, alkil-poliglikozidokból, zsíralkohol-amidokból és ezek keverékeiből vagy anionos primer alkil-szulfátokból, alkil-etoxi-szulfátokból és ezek keverékeiből vagy a közölt nemionos és anionos másodlagos felületaktív anyagok keverékeiből álló csoportból kiválasztott tag.

Azok az előnyös agglomerátumok, amelyekben a (c) poralakú alkotórészt zeolit szennylebegtetőkből, rétegelt szilikát szennylebegtetőkből és ezek keverékeiből választjuk ki. (c) poralakú alkotórészként hagyományos szilárd töltőanyagokat, például talkumot, vagy különböző nem higroszkópos szilikátokat, nátrium-karbonátot, nátrium-szulfátot és hasonlókat is alkalmazhatunk.

A találmány szerinti felületaktív részecskékben előnyösen a felületaktív anyag:másodlagos felületaktív anyag (vagy másodlagos felületaktív anyagok keveréke) arány körülbelül 10:1-től körülbelül 1:1-ig, előnyösen körülbelül 7:1-től körülbelül 3:1 tömegarányt tartalmaz.

A másodlagos felületaktív anyagok széles választékát alkal-

mazhatjuk "kristályosságot megbontó" anyagként, amely javítja a találmány szerinti kevert részecskék oldhatóságát. Például különböző 12-18 szénatomos etoxilált alkoholokat, például $C_{14}EO(5)$ -t, $C_{16}(EO)_3$ -t és hasonlókat alkalmazhatunk. Az ilyen anyagok azonban általában folyadékok és hajlamosak lehetnek a kevert részecskék nem kívánatos összetapadásának kiváltására. Amennyiben ilyen folyékony nemionos vegyületet alkalmazunk, annak mennyisége előnyösen nem több a részecskék 20 tömeg%-ánál.

A találmányban különösen megfelelő nemionos felületaktív anyagok egyik csoportja a polihidroxi-zsírsav-amid felületaktív anyagot (PFAS), például a 12-18 szénatomos N-1-6 szénatomos alkil-glükamidokat tartalmazza, amelyeket a későbbiekben részletebben közlünk. A nemionos felületaktív anyagok ezen csoportjának előnye, hogy szobahőmérsékleten kissé viaszos szilárdanyagként léteznek. Ennélfogva a találmány szerinti szilárd szekunder (2,3) alkil-szulfátokkal keverve, a PFAS anyagok nem hajlamosak a kész kevert részecskék tapadásának növelésére.

A találmányban oldhatóvá tételi célokra alkalmazható egyéb másodlagos felületaktív anyagok a 12-18 szénatomos primer alkil-szulfátok, azonban tisztában vagyunk azzal, hogy egy sor elfogadható másodlagos felületaktív anyagot választhatunk ki standard készítményekből. Alkalmazhatjuk a szekunder (2,3) alkil-szulfát/másodlagos felületaktív anyagok biner, terner, kvaterner, stb. keverékeit is.

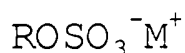
A találmány szerinti részecskék kitűnő gördülékenységi tulajdonságokat mutatnak. Egy eljárásnál azonban a részecskéket ezenkívül bevonhatjuk finoman aprított szemcsés gördülékenységet

elősegítő szerrel. Az ilyen bevonásra alkalmazható gördülékenységű elősegítő szereket kiválaszthatunk zeolitok, rétegelt szilikátok, szilikátok, szemcsés szekunder (2,3) alkil-szulfát felületaktív anyagok csoportjából, ahogyan lehetnek nem szemcsés szereket, például zselatin és poli(vinil-alkohol) is.

A találmányban az összes százalék, arány és rész tömegben kifejezett, hacsak nem írjuk elő másként. Az összes idézett dokumentumot hivatkozásként foglaltuk a találmányba.

Az előállító kényelmére a találmányban alkalmazott szulfát felületaktív anyagok és az egyébként hagyományos alkil-szulfát felületaktív anyagok közötti különbségeket a következőkkel azonosítjuk és mutatjuk be.

A hagyományos primer alkil-szulfát felületaktív anyagok



általános képletűek, amely képletben R jelentése jellemzően egy 10-20 szénatomos lineáris szénhidrogéncsoport és M jelentése egy vízben való oldhatóságot elősegítő kation. Szintén ismertek 10-20 szénatomos, elágazó láncú primer alkil-szulfát felületaktív anyagok (azaz elágazó láncú "PAS"); lásd például a 439 316 számú (Smith et al), 91.01.21-én benyújtott európai szabadalmi leírást.

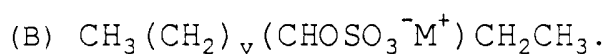
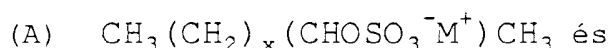
Hagyományos szekunder alkil-szulfát felületaktív anyagok azok az anyagok, amelyek a molekula szénhidrogén "gerince" mentén véletlenszerűen elosztott szulfátcsoportokkal rendelkeznek. Ilyen anyagok lehetnek a következő általános képletű vegyületek:



amely képletben m és n értéke 2 vagy kettőnél nagyobb egész szám

és $m + n$ összege jellemzően körülbelül 9-17, és M jelentése vízben való oldhatóságot elősegítő kation.

Az előzőekkel ellentétben a találmányban alkalmazott, kiválasztott szekunder (2,3) alkil-szulfát felületaktív anyagok a 2-szulfátra, illetve 3-szulfátra (A) és (B) általános képletű vegyületeket tartalmaznak:



A találmányban alkalmazhatjuk a 2- és 3-szulfát keverékeit. Az (A) és (B) általános képletekben x illetve $(y-1)$ értékei egész számok – legalább 6 – és körülbelül 7-20 tartományban, előnyösen körülbelül 10-16 között lehetnek. M jelentése egy kation, például egy alkálifém, ammónium, alkanol-ammónium, alkáliföldfém vagy hasonló kationok. Vízben oldható (2,3) alkil-szulfátok előállításánál M -ként való alkalmazásra a nátrium jellemző, azonban etanol-ammónium-, dietanol-ammónium-, trietanol-ammónium-, kálium-, ammónium-sókat és hasonlókat is alkalmazhatunk. Itt a 10-20 szénatomos szekunder (2,3) alkil-szulfátokat nehézség nélkül alkalmazhatjuk. A 14-18 szénatomos vegyületek előnyösek a mosodai tisztítási műveleteknél.

A találmánnyal megállapítottuk, hogy az alkil-szulfát felületaktív anyagok előzőekben közölt típusainak fizikai/kémiai tulajdonságai néhány – a granulált mosószer készítményeket gyártók szempontjából – fontos vonatkozásban, nem várt módon eltérnek egymástól. A primer alkil-szulfátok például hátrányosan képesek kölcsönhatásba lépni fémkationokkal, például kalciummal és magnéziummal, sőt azok ki is csaphatják őket. Így a vízkeménység

nagyobb mértékben befolyásolja negatív módon a primer alkil-szulfátokat, mint a szekunder (2,3) alkil-szulfátokat. Következésképpen a szekunder (2,3) alkil-szulfátokat előnyösen alkalmazhatónak találtuk kalciumionok jelenlétében és nagy vízkeménység körülményei között, vagy az úgynevezett "alul lebegtetett" helyzetben, amely foszfátmentes szennylebegtetők alkalmazása esetében állhat elő.

Továbbá a primer alkil-szulfátok oldhatósága nincs akkora, mint a szekunder (2,3) alkil-szulfátoké. Ennélfogva nagy aktivitású, gördülékeny, oldható felületaktív részecskék előállítását most egyszerűbbnek és hatékonyabbnak találjuk a szekunder (2,3)-alkil-szulfátokkal, mint a primer alkil-szulfátokkal.

Ami a véletlen (random) szekunder alkil-szulfátokat illeti (azaz azokat a szekunder alkil-szulfátokat, amelyekben a szulfát csoportok például a 4,5,6,7, stb. szekunder szénatomokon helyezkednek el), az ilyen anyagok tapadós szilárdanyagok, vagy még általánosabban paszták. Így a véletlen alkil-szulfátok nem nyújtják a szilárd szekunder (2,3) alkil-szulfátokkal társuló kezelési előnyöket, ha a találmány szerinti módon kevert mosószer részecskéket állítunk elő. Előnyös, ha a szekunder (2,3) alkil-szulfátok alapvetően mentesek (azaz körülbelül 20%-nál kevesebbet, előnyösen körülbelül 10%-nál kevesebbet, legelőnyösebben körülbelül 5%-nál kevesebbet tartalmaznak) ilyen véletlen szekunder alkil-szulfátoktól.

A találmány szerinti szekunder (2,3) alkil-szulfát felületaktív anyagoknak egy további előnye a többi helyzeti vagy "véletlen" alkil-szulfát izomerhez képest az illető szekunder

(2,3) alkil-szulfátok által, a kelmemosási műveletek összefüggésében, a szennyeződés újra lerakódása tekintetében nyújtott nagyobb előny. A mosodai mosószeresek, amint ismeretes alkalmazóik előtt, kilazítják a szennyeződéseket a mosandó anyagokból és a szennyeződéseket szuszpendálják a vizes mosóoldatban. Azonban a szuszpendált szennyeződés egy része – amint jól ismert a mosószergyártók előtt – visszarakódhat a textiliákra. Így a mosandó tömegben néhány újra szétoszlatás és újra lerakódás mehet végbe. Természetesen ez nem kívánatos és a ruhanemű "elszürküléseként" ismert jelenséghez vezethet. (Bármilyen adott mosodai mosószer készítmény újra lerakódási tulajdonságainak egyszerű próbájaként tiszta fehér "nyomjelző" ruhadarabokat tehetünk a mosandó szennyezett ruhaneműhöz. A mosási művelet végén a gyakorlott szakember fotometriásan mérheti vagy vizuálisan becsülheti a fehér nyomjelző anyagok eltérését eredeti fehérségüktől. Minél jobban megmarad a nyomjelző anyagok fehérsége, annál kevésbé megy végbe a szennyeződés újra lerakódása.)

Megállapítottuk, hogy az előzőekben közölt nyomjelző ruhadarabos eljárással mérve szennyeződés újra lerakódási tulajdonságokban a szekunder (2,3) alkil-szulfátok a mosodai mosószeresekben levő egyéb szekunder alkil-szulfát helyzeti izomerekkel szemben jelentős előnyökkel rendelkeznek. Így a találmány gyakorlata szerint olyan szekunder (2,3) alkil-szulfát felületaktív anyagok kiválasztása, amelyek előnyösen lényegében mentesek egyéb helyzeti szekunder izomerektől, váratlanul, eddig fel nem ismert módon segít a szennyeződés újra lerakódási problémájának megoldásában.

Meg kell jegyeznünk, hogy a találmányban alkalmazott szekunder (2,3) alkil-szulfátok néhány fontos tulajdonságban teljesen eltérnek a szekunder olefin-szulfonátoktól [például a U.S. 4 064 076 számú szabadalmi iratban közöltekől, (Klisch et al)]; ennek megfelelően a szekunder szulfonátok nem képezik a találmány tárgyát.

A találmányban alkalmazható típusú szekunder (2,3) alkil-szulfátok előállítását kénsavnak olefinekhez való hozzáadásával vitelezhetjük ki. Egy α -olefineket és kénsavat alkalmazó jellemző szintézist közölnek a U.S. 3 234 258 számú (Morris) vagy U.S. 5 075 041 számú (Lutz) szabadalmi iratokban. A szekunder (2,3) alkil-szulfátok hűtését biztosító oldószerekben vezetett szintézis olyan termékeket eredményez, amelyek a nem reagált anyagoktól való megtisztítás után véletlenszerűen szulfatált anyagok, nem szulfatált melléktermékek, például 10 szénatomos vagy hosszabb szénláncú alkoholok, szekunder olefin-szulfonátok és hasonlóak, a 2- és 3-szulfatált anyagok jellemzően 90+% tisztaságú keverékei (nátrium-szulfát 10%-ig jellemzően jelen van) és fehér, nem tapadós, kristályos megjelenésű szilárd anyagok. Jelen lehet valamennyi 2,3-diszulfát is, azonban általában a szekunder (2,3) alkil-monoszulfátok keverékének 5%-ánál nem több. Ilyen anyagok kaphatók "DAN" név alatt, mint például "DAN 200" a Shell Oil Company-tól.

Ha jobban oldható "kristályos" szekunder (2,3) alkil-szulfát felületaktív anyagokat igényelnek, ilyen kevert alkil-lánchosszúságú felületaktív anyagkeverékeket alkalmazhatunk. Így a 12-18 szénatomos alkil-láncok egy keveréke megnövekedett oldha-

tóságot adhat egy olyan szekunder (2,3) alkil-szulfáttal szemben, amelyben az alkillánc, mondjuk, teljes egészében 16 szénatomos.

Ha szükséges, a szekunder (2,3) alkil-szulfátot tovább tisztíthatjuk a nem kívánatos nátrium-szulfát eltávolítására. Különböző eszközöket alkalmazhatunk a szekunder (2,3) alkil-szulfátok nátrium-szulfát tartalmának csökkentésére. Például, amikor a kénsavnak az olefinhez való adagolását befejezzük, a szekunder (2,3) alkil-szulfát savas formájának semlegesítése előtt gondoskodhatunk a nem-reagált kénsav eltávolításáról. Egy másik eljárásnál a szekunder (2,3) alkil-szulfát nátrium-szulfátot tartalmazó nátriumsó formáját, Krafft hőmérsékletéhez közeli vagy az alatti hőmérsékleten vízzel öblíthetjük. Ez a nátrium-szulfátot az igényelt, tisztított szekunder (2,3) alkil-szulfát-nátriumsónak csak minimális veszteségével távolítja el. Természetesen mindkét eljárást alkalmazhatjuk, az elsőt elősemlegesítési lépésként és a másodikat utósemlegesítési lépésként.

Jelen alkalmazása szerint a "Krafft hőmérséklet" kifejezés a szakma olyan kifejezése, amelyet a felületaktív anyagok tudománya területén dolgozó szakemberek jól ismernek. A Krafft hőmérsékletet K. Shinoda írta le az "Oldat és oldhatóság alapelvei" című munkájában, amelyet Paul Becherrel együttműködve fordítottak le és Marcel Dekker, Inc., publikált a 160-161. oldalakon (1978). Szabatosan kifejezve, egy felületaktív szer vízben való oldhatósága meglehetősen lassan nő a hőmérséklettel eddig a pontig, azaz a Krafft hőmérséklet az a hőmérséklet, amelynél az oldhatóság rendkívül gyors növekedést tanúsít. A

Krafft hőmérsékletnél körülbelül 4°C -kal magasabb hőmérsékleten csaknem bármilyen készítmény oldata homogén fázisúvá válik. Általában a felületaktív anyag, például a találmány szerinti szekunder (2,3) alkil-szulfátok bármilyen adott típusának – amely egy anionos hidrofil szulfátcsoportot és egy hidrofób szénhidrogéncsoportot tartalmaz – Krafft hőmérséklete változik a szénhidrogéncsoport lánc hosszával. Ez a vízben való oldhatóságnak a felületaktív molekula hidrofób részében levő eltéréssel való változásának következménye.

A találmány megvalósításában, adott esetben a nátrium-szulfáttal szennyezett szekunder (2,3) alkil-szulfátot a mosandó egyedi szekunder (2,3) alkil-szulfát Krafft hőmérsékleténél nem magasabb és előnyösen Krafft hőmérsékleténél alacsonyabb hőmérsékleten, vízzel mossuk. Ez lehetővé teszi a nátrium-szulfát oldódását és eltávolítását a mosóvízzel, míg a mosóvízbeli szekunder (2,3) alkil-szulfát veszteségeket minimumon tartja.

Olyan körülmények között, ahol a találmány szerinti szekunder (2,3) alkil-szulfát felületaktív anyagok az alkillánc hosszok egy keverékét tartalmazzák, a Krafft hőmérsékletet nem tekinthetjük egyetlen pontnak, hanem inkább egy "Krafft tartományként"-ként írhatjuk le. Az ilyen dolgok jól ismertek a felületaktív anyag/oldat mérések tudományában jártas szakember számára. A szekunder (2,3) alkil-szulfátok ilyen keverékeire bármilyen esetben előnyös az adott nátrium-szulfát eltávolítási műveletet a Krafft határ alatti, és előnyösen az ilyen keverékekben jelenlevő legrövidebb szénláncú felületaktív anyag Krafft hőmérséklete alatti hőmérsékleten vezetni, mivel ez megóv a mosóoldatba

kerülő túlzott szekunder (2,3) alkil-szulfát veszteségektől. Például 16 szénatomos szekunder (2,3) alkil-szulfát felületaktív anyagokra a mosási műveletet előnyös körülbelül 30°C, előnyösen körülbelül 20°C hőmérsékletek alatt vezetni. Tisztán kell látnunk, hogy a kation változásával változni fog a szekunder (2,3) alkil-szulfát Krafft hőmérséklete; ennél fogva a mosási hőmérsékletet megközelítőleg kell beállítani.

A mosási eljárást szakaszosan vezethetjük, nedves vagy száraz szekunder (2,3) alkil-szulfátnak 10-50% szárazanyag biztosításához elégséges vízmennyiségben való szuszpendálásával, jellemzően legalább 10 perces keverési idővel, körülbelül 22°C-on [egy 16 szénatomos szekunder (2,3) alkil-szulfátra], amelyet nyomás alatti szűrés követ. Egy előnyös eljárásban a zagy 35%-nál kicsit kevesebb szárazanyagot tartalmaz, amennyiben az ilyen zagyok gördülékenyek és keverhetőek a mosási művelet alatt.

További előnyként a mosási eljárás csökkenti azoknak a szerves szennyeződéseknek mennyiségét is, amelyek az előzőekben jelzett véletlen szekunder alkil-szulfátokat tartalmazzák.

A találmány szerinti kevert mosószer részecskék különböző anionos, nemionos, ikerionos, stb. másodlagos felületaktív anyagokat tartalmaznak. Ilyen másodlagos felületaktív anyagok jellemzően a részecskéknek körülbelül 5-50 tömeg%-át kitevő mennyiségben vannak jelen. A találmányban alkalmazható másodlagos felületaktív anyagok nem korlátozó példái a hagyományos 11-18 szénatomos alkil-benzolszulfonátok és a primer és véletlen alkil-szulfátok (ahogyan oldhatóságukra és tapadásra való hajlalmuk tekintetében már korábban említettük), a 10-18 szénatomos

alkil-alkoxi-karboxilátok (különösen az EO 1-5 etoxi-karboxilátok), a 10-18 szénatomos alkil-poliglikozidázok és megfelelő szulfatált poliglikozidjaik, 12-18 szénatomos α -szulfonált zsírsav-észterek, 12-18 szénatomos alkil- és alkil-fenol-alkoxilátok (különösen az etoxilátok és a kevert etoxi/propoxi), 12-18 szénatomos betainok és szulfo-betainok ("szultainok"), 10-18 szénatomos amin-oxidok és hasonlóak. Más hagyományosan alkalmazható felületaktív anyagokat standard szövegekben sorolnak fel. A találmány szerinti előnyös részecskék alapján véve alkil-benzolszulfonátoktól mentesek. A találmány egyik előnye valóban az, hogy a mosodai készítményekben helyettesíti az ilyen felületaktív anyagokat.

A nemionos másodlagos felületaktív anyagoknak a találmányban különösen alkalmazható egyik sajátos csoportja az (I) általános képletű polihidroxi-zsírsav-amid felületaktív anyagokat tartalmazza:



amely képletben R^1 jelentése hidrogénatom, 1-8 szénatomos szénhidrogéncsoport, 2-hidroxi-etilcsoport, 2-hidroxi-propilcsoport vagy ezek egy keveréke, előnyösen 1-4 szénatomos alkilcsoport, még előnyösebben 1 szénatomos vagy 2 szénatomos alkilcsoport, legelőnyösebben 1 szénatomos alkilcsoport (azaz metilcsoport); és R^2 jelentése egy 5-32 szénatomos szénhidrogéncsoport, előnyösen egyenesláncú 7-19 szénatomos alkil- vagy alkenilcsoport, még előnyösebben egyenesláncú 9-17 szénatomos alkil- vagy alke-

nilcsoport, legelőnyösebben egyenesláncú 11-19 szénatomos alkil- vagy alkenilcsoport, vagy ezek keveréke; és Z jelentése legalább 2 (glicerinaldehid esetében) vagy legalább 3 (a többi redukáló cukor esetében), közvetlenül a lánchoz csatlakozó hidroxicsoporthal rendelkező lineáris szénhidrogénláncú polihidroxiszénhidrogéncsoport vagy annak egy alkoxilezett (előnyösen etoxilezett vagy propoxilezett) származéka. Z előnyösen egy redukáló cukorból egy redukatív aminezési reakcióban keletkezik; még előnyösebben Z jelentése egy glicitilcsoport. Előnyös redukáló cukrok a glükóz, fruktóz, maltóz, laktóz, galaktóz, mannóz és xilóz, valamint a glicerinaldehid. Nyersanyagként nagy glükóztartalmú kukoricaszirupot, nagy fruktóztartalmú kukoricaszirupot és nagy maltóztartalmú kukoricaszirupot hasznosíthatunk, valamint az előzőekben felsorolt egyes cukrokat. Ezek a kukoricaszirupok Z csoportra egy cukor alkotórész keveréket eredményezhetnek. Tudomásul kell venni, hogy semmilyen eszközzel nem szándékozunk kizárni egyéb, megfelelő nyersanyagokat. Z csoportot előnyösen $-\text{CH}_2-(\text{CHOH})_n-\text{CH}_2\text{OH}$, $\text{CH}(\text{CH}_2\text{OH})-(\text{CHOH})_{n-1}-\text{CH}_2\text{OH}$, $-\text{CH}_2-(\text{CHOH})_2-(\text{CHOR}')(\text{CHOH})-\text{CH}_2\text{OH}$ csoportok közül választjuk ki, ahol n értéke 1 és 5 közötti egész szám, ötöt is beleértve, és R' jelentése hidrogénatom vagy egy gyűrűs mono- vagy poliszacharid és azoknak alkoxilezett származékai. Legelőnyösebbek a glicitilek, amelyekben n értéke 4, különösen előnyös a $-\text{CH}_2-(\text{CHOH})_4-\text{CH}_2\text{OH}$ csoport.

Az (I) általános képletben R^1 jelentése lehet például N-metil-, N-etil-, N-propil-, N-izopropil-, N-butil-, N-izobutil-, N-2-hidroxi-etil- vagy N-2-hidroxi-propilcsoport. A legnagyobb

habzáshoz R^1 jelentése előnyösen metil- vagy hidroxil-alkilcsoport. Amennyiben kis habzás kívánatos, R^1 jelentése előnyösen 2-8 szénatomos alkil-, különösen n-propil-, izopropil-, n-butil-, izobutil-, pentil-, hexil- és 2-etil-hexil-csoport.

R^2 -CO-N< csoport lehet például kókamid, szteramid, oleamid, lauramid, mirisztamid, kaprinamid, palmitamid, faggyú-amid, stb.

Jóllehet, a polihidroxi-zsírsav-amidokat előállíthatjuk a Schwartz-féle eljárással (U.S. 2 703 798 számú szabadalmi irat), a ciklizált melléktermékekkel és más színes anyagokkal való szennyeződés problémát okozhat. Általános javaslatként, a WO-9 206 154 és WO-9 206 984 számú szabadalmi bejelentésekben közölt preparatív eljárások jó minőségű polihidroxi-zsírsav-amidok előállítását teszik lehetővé. Az eljárások N-alkil-amino-polioloknak előnyösen zsírsav-metilészterekkel, egy oldószerben, alkoxid katalizátor alkalmazásával körülbelül 85°C hőmérsékleteken való reagáltatását tartalmazzák, a kívánatosan kis mennyiségű (jellemzően körülbelül 1%-nál kevesebb) optimálisnál rosszabb lebontású ciklizált melléktermékekkel rendelkező és szintén jobb színű és színstabilitású – például Gardner Colors körülbelül 4 alatti, előnyösen 0-2 közötti érték – nagy kitermelésű (90-98%) polihidroxi-zsírsav-amidok biztosítására. (A katalizátoron például butil-, izobutil- és n-hexilvegyületekkel átbocsájtott vagy a reakció alatt fejlesztett metanol kielégítő fluidizációt nyújt, hogy a további reakcióoldószer alkalmazása optimális lehessen.) A termékben maradó bármilyen reagálatlan N-alkil-amino-poliolt a termékben levő ilyen maradék aminok teljes mennyiségének minimálisra csökkentésére acilezhetünk egy savan-

hidriddel, például ecetsavanhidriddel, maleinsavanhidriddel vagy hasonlókkal. Azokat a klasszikus zsírsav maradványokat, amelyek habzástgátlók lehetnek, például trietanol-aminnal reagáltatva távolíthatjuk el.

Jelen alkalmazás szerint a "ciklizált melléktermékek" a primer reakció nem kívánatos melléktermékeit jelentik, amely reakcióban a polihidroxi-zsírsav-amidokban levő többszörös hidroxicsoportok gyűrűszerkezeteket képezhetnek, amelyek, leglényegesebben, biológiailag nem bomlanak le gyorsan. A kémiában jártas szakemberek világosan látják, hogy a találmány szerinti polihidroxi-zsírsav-amidoknak di- és nagyobb szacharidok, például maltóz alkalmazásával való előállításuk olyan polihidroxi-zsírsav-amidok képződését eredményezi, amelyekben a lineáris Z szubsztituens (amely többszörös hidroxiszubsztituenseket tartalmaz) természetes módon egy polihidroxi-gyűrűszerkezetbe "zárt". Jelen definíció szerint az ilyen anyagok nem ciklizált melléktermékek.

Az előzőekben közölt polihidroxi-zsírsav-amidokat szulfatálhatjuk is, például SO_3 /piridinnel való reagáltatással, és az eredményül kapott szulfatált anyagot alkalmazhatjuk egy találmány szerinti anionos másodlagos felületaktív anyagként.

A szekunder (2,3) alkil-szulfátok kitűnő gördülékenységi tulajdonságai és vízzoldhatósága lehetővé teszi, hogy nagy aktivitású mosószer részecskéket állítsunk elő, amelyek a szekunder (2,3) alkil-szulfátok és egy vagy több másodlagos felületaktív anyag egy keverékét tartalmazzák. Az ilyen "nagy aktivitású" részecskék 35 részecske tömeg% és több, előnyösen 80% és

több, legelőnyösebben 90% és több szekunder (2,3) alkil-szulfát plusz másodlagos felületaktív anyag keveréket tartalmazhatnak. Az illető részecskékben alkalmazott ilyen keverékek jellemzően legalább körülbelül 40 tömeg%, előnyösebben legalább körülbelül 50 tömeg% szekunder (2,3) alkil-szulfátot tartalmaznak, a fennmaradó rész másodlagos felületaktív anyagot vagy másodlagos felületaktív anyagok keverékeit tartalmazza.

Természetesen felismertük, hogy bizonyos típusú felületaktív anyagok hajlamosak az összetapadásra. Más felületaktív anyagok hajlamosak a higroszkóposságra és így tapadóssá válhatnak, ha nagy nedvesség hatásának tesszük ki őket. Az eredményül kapott kevert, nagy aktivitású részecskék ilyen esetekben optimálisnál kisebb gördülékenységet mutathatnak. Ilyen körülmények között a kevert részecskék felületének gördülékenységet elősegítő anyaggal, például finoman aprított zeolitporokkal, sőt, ahogyan felismertük, finom szekunder (2,3) alkil-szulfát porokkal való bevonását választhatjuk.

Azt is felismertük, hogy bizonyos másodlagos felületaktív anyagokkal a kevert, nagy aktivitású részecskék teljes oldhatósága, különösen nagyon hideg vízben vagy nagy sűrűségű szemcsékkel további növelést igényelhet. Ilyen körülmények között számos további oldhatóságot elősegítő szert foglalhatunk bele a részecskékbe, jellemzően a részecskék 5-20 tömeg%-át kitevő mennyiségekben. Erre a célra például alkalmazhatunk bármilyen jól oldódó anyagot és jellemzően közömbös szervetlen sókat, például nátrium-szulfátot, nátrium-dikarbonátot, az oldható szennylebegtetőket és hasonlókat.

A találmány szerinti kevert részecskék tartalmazhatnak például: szekunder (2,3) alkil-szulfátokat plusz primer 10-18 szénatomos alkil-szulfátokat; szekunder (2,3) alkil-szulfátokat plusz alkil-etoxi-karboxilátokat; szekunder (2,3) alkil-szulfátokat plusz polihidroxi-zsírsav-amid felületaktív anyagokat, amelyeket a későbbiekben részletesebben közlünk; szekunder (2,3) alkil-szulfátokat plusz alkil-etoxi-szulfátokat; szekunder (2,3) alkil-szulfátokat plusz primer alkil-szulfátokat plusz polihidroxi-zsírsav-amidokat; szekunder (2,3) alkil-szulfátokat plusz alkil-etoxi-szulfátokat plusz polihidroxi-zsírsav-amidokat; szekunder (2,3) alkil-szulfátokat plusz primer alkil-szulfátokat plusz alkil-etoxi-szulfátokat plusz polihidroxi-zsírsav-amidokat; szekunder (2,3) alkil-szulfátokat plusz α -szulfonált zsírsav-metil-észtereket; szekunder (2,3) alkil-szulfátokat plusz 10-18 szénatomos alkil-poliglikozidokat; és szekunder (2,3) alkil-szulfátokat plusz α -szulfonált zsírsav-metil-észtereket plusz polihidroxi-zsírsav-amidokat. Szekunder (2,3) alkil-szulfátokat plusz hagyományos 10-18 szénatomos szappanokat tartalmazó részecskéket is előállíthatunk. Az előzőeket az olyan kevert részecskék nem korlátozó példáinak szántuk, amelyek mások, mint azok, amelyek a gyakorlott gyártónak gyorsan eszébe jutnak.

Általánosságban a találmányban alkalmazott, szekunder (2,3) alkil-szulfátokat tartalmazó részecskéket egy sor jól ismert eljárás alkalmazásával előállíthatjuk. A részecskéket kialakíthatjuk például agglomerálással, amelyben a szilárd anyagokat (beleértve a szekunder (2,3) alkil-szulfátokat is) fizikai keveréssel kényszerítjük/tömörítjük össze és egy kötőanyaggal tart-

juk együtt. Az agglomerálásra megfelelő berendezések a száraz porkeverők, fluid ágyak és turbilizálók, a gyártóktól, például Lödige-től, Eric-től, Bepex-től és Aeromatic-től kaphatók.

Más módon a részecskéket extrudálással formálhatjuk. Ennél az eljárásnál a szilárd anyagokat, például a szekunder (2,3) alkil-szulfátokat egy nedves pornak viszonylag nagy nyomásokon és nagy energia befektetéssel egy szerszám matricában levő kis lyukakon való átszivattyúzásával kényszerítjük össze. Ez az eljárás pálcaszerű részecskéket eredményez, amelyeket bármilyen igényelt részecskeméretre apríthatunk. A berendezések axiális vagy radiális extruderek, például amilyenek a Fuji-tól, Bepex-től és Teledyne/Readco-tól kaphatók.

Még egy másik módon a részecskéket apró szemcsékként alakítjuk ki. Ennél az eljárásnál a kívánt alkotórészeket (azaz ezek közül egy a szekunder (2,3) alkil-szulfát részecskék) tartalmazó folyékony keveréket nagy nyomással szivattyúzzuk és hideg levegőbe permetezzük. Mivel a folyadékcseppecskék lehűlnek, szilárdabbá válnak és így kialakulnak a részecskék. A megszilárdulás azután egy megolvasztott kötőanyagnak szilárdba való fázisváltása következtében vagy a szabad nedvességnek az eredeti folyadékkeverékben jelenlevő néhány hidratálható anyag által kristályosan kötött nedvességgé való hidratálásán keresztül mehet végbe.

Még egy másik módon a részecskéket kialakíthatjuk tömörítéssel. Ez az eljárás hasonló a tablettázási eljárásokhoz, amelyekben a szilárdanyagokat (azaz a szekunder (2,3) alkil-szulfát részecskéket) a porbetáplálásnak hengereken vagy sík lemezeken

levő matricában/présformában való összepréselésével kényszerítjük össze.

Egy másik módon a részecskéket megolvasztással/ megszilárdítással alakíthatjuk ki. Ennél az eljárásnál úgy állítjuk elő a részecskéket, hogy a szekunder (2,3) alkil-szulfátot bármilyen igényelt további alkotórésszel együtt megolvasztjuk és az olvadékot kihűlni hagyjuk, például egy présben vagy cseppecskékben.

Az előző eljárásokban a részecske integritásának és erősségének növelésére, adott esetben kötőanyagokat alkalmazhatunk. A víz önmagában operatív kötőanyag a szekunder (2,3) alkil-szulfátokra, mivel a szekunder (2,3) alkil-szulfátból valamennyi, egy kötési funkciót adva, feloldódik. Más kötőanyagok, például a keményítők, poliakrilátok, karboxi-metilcellulóz és hasonlóak. A részecske előállítás irodalmában a kötőanyagok jól ismertek. Amennyiben használunk kötőanyagokat, azokat jellemzően a kész részecskék 0,1-5 tömeg%-nyi mennyiségében alkalmazzuk.

Egy megvalósításban, amint korábban megemlítettük, töltőanyagokat, például hidratálható és nem hidratálható sókat, kristályos és üvegszerű szilárdanyagokat, különböző tisztító hatású alkotórészeket, például zeolitokat és hasonlókat foglalhatunk bele a részecskékbe. Ilyen töltőanyagokat a részecskék jellemzően körülbelül 40 tömeg%-ig tartalmaznak.

Az itt közölt módon előállított részecskéket erősségük, fizikai tulajdonságaik és végső nedvességtartalmuk beállítására igényeink szerint, ezt követően száríthatjuk vagy hűthetjük.

A szekunder (2,3) alkil-szulfát felületaktív anyag és a másodlagos felületaktív anyagok keverékeit tartalmazó részecskék

előállítására szolgáló egyik eljárás a megolvasztott szekunder (2,3) alkil-szulfátnak egy vagy több megolvasztott másodlagos felületaktív anyaggal/anyagokkal való összekeverését és az eredményül kapott megszilárdult olvadék bármilyen kívánt méretű részecskébe vagy apró szemcsékbe való formázását tartalmazza. Az igényelt részecskeméretet elérhetjük például egy keverőben, például az OSTER márkanév alatt árult keverőben vagy nagyüzemi őrlőberendezésekben, például amilyen WILEY őrlőberendezés márkanév alatt kapható.

A kívánt méretű részecskéket adja egy alternatív eljárás, amelyben a kevert felületaktív anyagot plusz másodlagos felületaktív anyagokat tartalmazó olvadékot egy fúvókán át permetezhetjük cseppecskék nyerésére, amelyeket azután lehűtünk.

Egy másik eljárásban a szekunder (2,3) alkil-szulfátot és bármilyen igényelt másodlagos felületaktív anyagokat tartalmazó olvadékból való cseppecskéképzésre egy forgó tárcsát alkalmazunk. A cseppecskéket azután hűtéssel szilárdítjuk meg és megfelelő szitákon átbocsájthatjuk bármilyen igényelt részecskeméret biztosítására. Sőt egy másik eljárásban torony szemcsézőt alkalmazhatunk egy adott átlagos részecskeméret tartomány körüli méreteloszlással rendelkező részecskék nyerésére.

Sőt egy másik eljárásban a szekunder (2,3) alkil-szulfát plusz másodlagos felületaktív anyagok olvadékát megszilárdítjuk és részecskékre aprítjuk. Nagy energiájú aprítási eljárásokat, például kalapácsos, verőpálcás és golyós malmokat alkalmazhatunk. Egy eltérő eljárásban kis energiájú aprítási eljárásokat, például bármilyen igényelt pórusméretű szitákon való átrostálást

alkalmazhatunk.

Ha a mosószer készítményekben a kevert felületaktív anyag /másodlagos felületaktív anyag részecskéket nagy mennyiségű alkotórészként alkalmazzuk, méretük jellemzően körülbelül 400-1600 μm tartományban van. Amennyiben a találmány szerinti felületaktív anyag/másodlagos felületaktív anyag keverékeket tartalmazó nagyobb részecskék bevonására alkalmazzuk, akkor a szekunder (2,3)-alkil-szulfát jellemzően sokkal finomabb mérettartományban van, jellemzően körülbelül 0,1-5 μm között. Standard sziták alkalmazásával bármilyen esetben, akármilyen találmány szerinti kívánt mérettartományt elérhetünk.

A találmány szerinti granulált részecskék és mosószer készítmények előállítására különböző eszközök és berendezések állnak rendelkezésre. A jelenlegi ipari gyakorlat porlasztva szárító tornyokat alkalmaz körülbelül 550 g/l-nél kisebb sűrűségű granulált mosodai mosószerek előállítására. Következésképpen a találmány szerinti általános eljárásként a hagyományos porlasztva szárítást alkalmazhatjuk. Alternatív megoldásként kiküszöbölhetjük a porlasztva szárítást keverés, sűrítés és a kereskedelemben rendelkezésre álló granulálóberendezések alkalmazásával. A következőkben a találmányban alkalmazható ilyen, nem korlátozó berendezést közlünk.

Jelen eljárásban adott esetben nagy sebességű keverőt/sűrítőket alkalmazhatunk. Például a "Lödige CB30" márkanév alatt forgalmazott eszköz egy keverő/vágó lapátokkal felszerelt központi forgó tengellyel rendelkező, álló hengeres keverődobot tartalmaz. Használatnál a mosószer készítmény alkotórészeit be-

letesszük a dobba és összekeverésére/sűrítésére a tengely/lapát szerelvényt 100-2500 fordulat/perc tartományban levő sebességgel forgatjuk. Más hasonló berendezések a "Shugi Granulator" és a "Drais K-TTP 80" márkanev alatt kapható eszközök.

Az igényelt sűrítési és/vagy agglomerálási foktól függően elvégezhetünk egy további, sűrítést is magában foglaló kezelési lépést. Alkalmazhatunk például "Lödige KM300 Mixer" márkanev alatt árusított, "Lödige Ploughshare"-ként is ismert berendezést. Az ilyen berendezés jellemzően 40-160 fordulat/percnél üzemel. Egyéb alkalmazható berendezés a "Drais K-T 160" márkanev alatt kapható eszköz.

Sőt egy másik eljárásban a granulálási eljárást egy fluidizált ágyas keverő alkalmazásával vitelezhetjük ki. Ennél az eljárásnál a végső készítmény különböző alkotórészeit egy vi-
zes zagyban egyesítjük és a szekunder (2,3) alkil-szulfátot plusz másodlagos felületaktív anyagokat tartalmazó részecskék fluidizált ágyára permetezzük rá kész mosószer szemcsék nyeréséhez. Egy alternatív eljárásban a zagyot zeolit vagy rétegelt szilikát részecskék vagy szekunder (2,3) alkil-szulfátot plusz zeolitot és/vagy rétegelt szilikát részecskék keverékének fluidizált ágyára permetezzük rá. Egy ilyen eljárásban adott esetben az első lépés magában foglalhatja a zagy keverését egy "Lödige CB30" vagy a Shugi-tól kapható "Flexomix 160" alkalmazásával. Az ilyen eljárásokban az "Escher Wyss" márkanev alatt kapható fluidizált ágyakat vagy mozgó ágyakat alkalmazhatjuk.

A találmányban alkalmazható más típusú granulátumokat gyártó berendezést a U.S. 2 306 898 számú (G.L. Heller) szabadalmi

iratban közölnek.

Érthetően a találmány által nyújtott egy sajátosságos előny a azekunder (2,3) alkil-szulfátot plusz másodlagos felületaktív anyagokat tartalmazó részecskék szemcsés természete, amely lehetővé teszi, hogy a gyártó kis sűrűségű vagy előnyösen, nagy sűrűségű, jó oldhatóságú, gördülékeny mosószer szemcsék előállításához sokféle gyártóberendezésből és üzemelési körülményből válasszon. Az ilyen eljárások körülbelül 550 g/liternél (amely alatt a "kis sűrűségű" részecskék tartománya van) nagyobb, előnyösen 650 g/liternél nagyobb térfogatsűrűségű szemcséket adnak.

Egy eljárásban a találmány szerinti készítményeket egy porlasztva szárításos lépésnek az utána következő összekeverési /sűrítési lépéssel való kombinálásával állíthatjuk elő. Ennél az eljárásnál a kész mosószer készítményben levő különböző, hőstabil alkotórészek vizes zagyát egy hagyományos technológiákat alkalmazó porlasztva szárító tornyon átvezetve formáljuk homogén szemcsékké. Az eredményül kapott szemcséket a kész, sűrített termék nyeréséhez azután összekeverjük szekunder (2,3) alkil-szulfát plusz másodlagos felületaktív anyag részecskéikkel egy forgó vagy csavar típusú keverőben/sűrítőben 500-1500 fordulat/percműködési sebességnél, jellemzően 1-5 perces tartózkodási idő alkalmazásával. Ennek az eljárásnak egy módosításában a hőre labilis alkotórészeket, például tisztító hatású enzimeket és fehérítő aktivátorokat a keverő/sűrítő berendezésben adjuk hozzá a készítményhez.

Egy másik eljárásban a készítményeket két sorbakapcsolva működő keverő-és sűrítőberendezésen való áthaladással állítjuk

elő és sűrítjük be. Így az igényelt készítmény alkotórészeket például összekeverhetjük egy Lödige keverővel és azon 0,1-1,0 perces tartózkodási időkkal bocsájthatjuk át, azután egy második Lödige keverőn 1-5 perces tartózkodási idők alkalmazásával bocsájthatjuk át.

Még egy másik eljárásban a készítményeket sűrített, granulált formában bármilyen, az előzőekben közölt eljárás alkalmazásával előállíthatjuk, amelyet után vagy tiszta szekunder (2,3)-alkil-szulfátot vagy annak másodlagos felületaktív anyaggal kezelt keverékeit tartalmazó, finoman porított (jellemzően 0,1-10 μm -es) részecskékkel összekeverjük. Ez a sűrített szemcsék külső felületein egy szemcsés szekunder (2,3) alkil-szulfát bevonatot ad, amely javítja gördülékenységüket és csökkenti az összetapadást.

Még egy másik eljárásban az igényelt készítmény alkotórészeket tartalmazó (jellemzően 80% szárazanyag tartalmú) vizes zagyot szemcsés szekunder (2,3) alkil-szulfát plusz másodlagos felületaktív anyag (jellemzően 400-1200 μm méretű) fluidizált ágyára permetezzük. Az eredményül kapott részecskéket tovább sűríthetjük, amint az előzőekben megjegyeztük, egy Lödige berendezésén való átvezetéssel.

A találmány szerinti mosószer készítmények a szekunder (2,3) alkil-szulfátot plusz másodlagos felületaktív anyagokat tartalmazó részecskéken kívül jellemzően tartalmaznak különböző adalékanyag alkotórészeket. Az ilyen alkotórészek nem korlátozó példái a következők.

Enzimek - A találmány szerinti mosószer készítményekbe sok-

féle kelmemosási célra, fehérje alapú, szénhidrát alapú vagy triglicerid alapú foltok eltávolítására, az elengedett festék átvitelének megakadályozására, és a kelme regenerálásra belefoglalhatunk enzimeket. A belefoglalandó enzimek proteázok, amilázok, lipázok, cellulázok és peroxidázok, valamint ezek keverékei. Más típusú enzimeket is alkalmazhatunk. Ezek bármilyen, megfelelő eredetűek lehetnek, például növényi, állati, bakteriális, gomba vagy élesztő eredetűek. Azonban kiválasztásukat irányítja néhány tényező, például pH aktivitási és/vagy stabilitási optimum, hőstabilitás, aktív mosószerekkel, szennylebegtetőkkel szembeni stabilitás és így tovább. Ebben a vonatkozásban a bakteriális és gombás enzimek előnyösek, például a bakteriális amilázok és proteázok és a gombás eredetű cellulázok.

Az enzimeket rendszeren olyan mennyiségekben tesszük bele a készítménybe, amely annak egy grammjára körülbelül 5 mg tömegig, jellemzőbben körülbelül 0,01-3 mg aktív enzimhez szükséges. Másként kifejezve a találmány szerinti készítmények jellemzően körülbelül 0,001-5 tömeg%, előnyösen 0,01-1 tömeg% kereskedelmi enzimkészítményt tartalmaznak. Az ilyen kereskedelmi készítményekben a proteáz enzimek rendszerint a készítmény egy grammjára 0,005-0,1 Anson egység (AU) aktivitást biztosító mennyiségekben vannak jelen.

A proteázok megfelelő példái a szubtilizinek, amelyeket *B. subtilis* és *B. licheniformis* sajátos törzseiből nyernek. Másik megfelelő proteázt egy *Bacillus* törzsből nyerik, ez a 8-12 pH tartományban maximális aktivitású és a Novo Industries A/S fejlesztette ki és árúsítja ESPERASE bejegyzett márkanév alatt.

Ennek az enzimnek és analóg enzimeknek előállítását közlik Novo 1 243 784 számú nagybritanniai szabadalmi bejelentésében. A kereskedelmi forgalomban levő, fehérje alapú foltok eltávolítására alkalmas proteolitikus enzimek a Novo Industries A/S (Dánia) által ALCALASE és SAVINASE márkanevek alatt és az International Bio-Synthetics, Inc. (Hollandia) által MAXATASE márkánév alatt árusított enzimek. Egyéb proteázok a Proteáz A (lásd az 1985. január 9-én nyilvánosságra hozott 130 756 számú európai szabadalmi bejelentésben) és a Proteáz B [lásd az 1987. április 28-án benyújtott, 87303761.8 sorozatszámú, európai szabadalmi leírásban és az 1985. január 9-én nyilvánosságra hozott 130 756 számú Bott et al) európai szabadalmi leírásban].

Amilázok például az 1 296 839 számú (Novo) nagybritanniai szabadalmi bejelentésben közölt α -amilázok, a RAPIDASE, International Bio-Synthetics, Inc. és TERMAMYL, Novo Industries.

A találmányban alkalmazhatók mind a bakteriális, mind a gombás eredetű cellulázok. pH optimumuk előnyösen 5 és 9,5 közötti. Megfelelő cellulázokat közölnek a U.S. 4 435 307 számú szabadalmi iratban (Barbesgoard et al), amely Humicola insolens-ből és Humicola DSM1800 törzsből vagy az Aeromonas génushoz tartozó, celluláz 212-t termelő gombából nyert és egy tengeri gerinctelen (Dolabella Auricula Solander) hasnyálmirigyéből extrahált cellulázt közöl. Megfelelő cellulázokat közölnek a GB-A-2 075 028; GB-A-2 095 275 és DE-OS-2 247 832 számú szabadalmi iratokban is.

Mosószeres alkalmazásra megfelelő lipáz enzimek a Pseudomonas mikroorganizmus csoport, például a Pseudomonas stutzeri



ATCC 19.154 által termelt enzimek, amint az 1 372 034 számú nagy-britanniai szabadalmi leírásban közlik. Lásd az 1978. február 24-én nyilvánosságra hozott, 53-20487 számú japán szabadalmi leírásban levő lipázokat is. Ez a lipáz kapható az Amano Pharmaceutical Co. Ltd.-től, Nagoya, Japán, Lipase P "Amano" márkanéven, a későbbiekben "Amano-P"-ként említjük. Más kereskedelmi lipázok az Amano-CES, a *Chromobacter viscosum*-ból, például *Chromobacter viscosum* var. *lipolyticum* NRRLB 3673-ből nyert lipázok, amelyek a Toyo Jozo Co.-tól, Tagata, Japán; és továbbá a *Chromobacter viscosum* lipázok a U.S. Biochemical Corp.-tól, U.S.A. és a Disoynth Co.-tól, Hollandia, és a *Pseudomonas gladioli*-ből nyert lipázok. A *Humicola lanuginosa*-ból származó és a kereskedelemben a Novo-tól kapható (lásd az EPO 341 947 szabadalmi iratot is) LYPOLASE a találmányban való alkalmazásra előnyös lipáz.

Peroxidáz enzimeket oxigénforrásokkal, például perkarbonáttal, perboráttal, perszulfáttal, hidrogén-peroxiddal kombináltan alkalmazunk. Ezeket "oldatfehérítésre" alkalmazzuk, azaz a mosási műveletek alatt a szubsztrátokból eltávolított festékeknek vagy pigmenteknek a mosóoldatban levő más szubsztrátokba való átvitelének megakadályozására. A peroxidáz enzimek a szakmában ismertek, és magukban foglalják például a torma peroxidázt, ligninázt és halogén-peroxidázt, például klór- és bróm-peroxidázt. Peroxidáztartalmú mosószer készítményeket közölnek például az 1989. október 19-én nyilvánosságra hozott, WO 89/099813 közzétételi számú, a Novo Industries A/S-nek bejegyzett PTC nemzetközi szabadalmi bejelentésben (O. Kirk).

Az enzيمanyagok széles tartományát és szintetikus mosószer granulátumokba való belefoglalásukra szolgáló eszközöket is közölnek a U.S. 3 553 139 számú (McCarty et al) szabadalmi iratban. Továbbá enzimeket közölnek a U.S. 4 101 457 számú (Place et al) és U.S. 4 507 219 számú (Hughes) szabadalmi iratokban is. A U.S. 4 261 868 számú (Horn et al) szabadalmi iratban mosószer készítményekhez alkalmazható enzيمanyagokat és azoknak ilyen készítményekbe való belefoglalását közlik. A mosószerekben alkalmazható enzimeket különböző technológiákkal stabilizálhatjuk. A U.S. 4 261 868 számú (Horn et al), U.S. 3 600 319 számú (Gedge et al) szabadalmi iratokban és az 1986. október 29-én nyilvánosságra hozott, 0 199 405 közzétételi számú, 86200586.5 bejelentési számú (Venegas) európai szabadalmi leírásban enzim stabilizálási technológiákat közölnek és mutatnak be példákkal. Szintén enzim stabilizálási rendszereket közölnek például a U.S. 4 261 868, 3 600 319 és 3 519 570 számú szabadalmi iratokban is.

Enzim stabilizálószerek - A késztermékben a találmányban alkalmazott enzimeket vízben oldható kalciumion források jelenlétével stabilizáljuk, amelyek kalciumionokat adnak az enzimeknek. További stabilitást biztosíthatunk különböző egyéb, a szakmában közölt stabilizálószerek, például borátfélék: lásd a korábban közölt U.S. 4 537 706 számú (Severson) szabadalmi iratban, jelenlétével. A jellemző mosószerek körülbelül 1-30, előnyösen 2-20, még előnyösebben körülbelül 5-15 és legelőnyösebben körülbelül 8-12 millimól kalciumion/liter végső készítmény mennyiséget tartalmaznak. Ez kissé változhat a jelenlevő enzim mennyiségétől és a kalciumionokra való reagálásától függően. A

kalciumionok mennyiségét úgy kell megválasztanunk, a szennylebegtetőkkel, zsírsavakkal, stb. való komplexképzés figyelembevételével, hogy egy minimális mennyiség mindig az enzimek rendelkezésére álljon a készítményben. Kalciumion forrásként bármilyen vízben oldódó kalciumsót alkalmazhatunk, beleértve, de nem korlátozva ezekre, a kalcium-kloridot, kalcium-szulfátot, kalcium-malátot, kalcium-hidroxidot, kalcium-formiátot és kalcium-acetátot. A készítményben gyakran jelen van kis mennyiségű, általában körülbelül 0,05-0,4 millimól/liter kalciumion az enzimiszapban és a gyártóvízben levő kalcium következtében. A találmány szerinti szilárd mosószer készítmények kielégítő mennyiségű vízben oldható kalciumionm forrást tartalmaznak a mosóoldatban ilyen mennyiségek biztosításához. Alternatív módon a természetes vízkeménység elegendő lehet.

Érthetően az előzőekben ismertetett kalciumion mennyiségek szükségesek az enzimstabilitás biztosításához. A zsír eltávolítási teljesítmény további mérlegelésével több kalciumiont tehetünk a készítményekbe. Ennélfogva a találmány szerinti készítmények körülbelül 0,05-2 tömeg% vízben oldható kalciumion forrást tartalmazhatnak. A mennyiség természetesen változhat a készítményben alkalmazott enzim mennyiségével és típusával.

A találmány szerinti készítmények adott esetben, de előnyösen tartalmazhatnak különböző további stabilizálószereket is, különösen borát típusú stabilizálószereket. Az ilyen stabilizálószereket a készítményekben jellemzően (bórsavra számítva) körülbelül 0,25-10 tömeg%, előnyösen körülbelül 0,5-5 tömeg%, még előnyösebben körülbelül 0,75-3 tömeg% bórsav vagy más, a készítmény

ményben bórsav formálására képes bórvegyületet alkalmazhatunk. A bórsav előnyös, bár más vegyületek, például bór-oxid, bórax és más alkálifém-borátok (például nátrium-orto-, meta- és piroborát és nátrium-pentaborát) is alkalmazható. A helyettesített bórsavakat (például fenil-boronsavat, bután-boronsavat és p-bróm-fenil-boronsavat) is alkalmazhatunk bórsav helyett.

A találmány szerinti készítmények a tisztítási teljesítmény segítésére vagy fokozására, a tisztítandó szubsztrát kezelésére vagy a mosószer készítmény esztétikusságának módosítására (például illatanyagokat, színezőanyagokat, festékeket, stb.) az enzimeken kívül adott esetben tartalmaznak még egy vagy több mosószer adalékanyagot vagy egyéb anyagokat. A következőkben ilyen adalékanyagokat mutatunk be példákkal.

Szennylebegtetők - A találmány szerinti készítményekbe adott esetben beletehetünk tisztító hatású szennylebegtetőket az ásványi sók által okozott keménység szabályozásának segítésére. Alkalmazhatunk szervetlen, valamint szerves szennylebegtetőket. A szennylebegtetőket jellemzően kelmemosó készítményekben, a szemcsés szennyeződések eltávolításának elősegítésére alkalmazzuk.

A szennylebegtető mennyisége nagy mértékben változhat a készítmény végső felhasználásától és igényelt fizikai formájától függően. Ha jelen van, akkor a készítmény jellemzően legalább körülbelül 1 % szennylebegtetőt tartalmaz. A granulált készítmények jellemzően körülbelül 10-80 tömeg%, jellemzőbben körülbelül 15-50 tömeg% tisztító hatású szennylebegtetőt tartalmaznak. Azonban ez nem azt jelenti, hogy kisebb vagy nagyobb szennyle-

begtető mennyiségek kizártak.

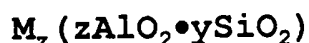
Szervetlen szennylebegtetők a polifoszfátok (például a tripolifoszfátok, pirofoszfátok és üvegszerű polimer meta-foszfátok), foszfonátok, fitinsav, szilikátok, karbonátok (beleértve a dikarbonátokat és szeszkvikarbonátokat is), szulfátok és alumínium-szilikátok alkálifém, ammónium- és alkanol-ammónium-sói. Azonban nem foszfát szennylebegtetőket csak néhány helyen igényelünk. Nagy fontosságú, hogy a találmány szerinti készítmények még úgynevezett "gyenge" szennylebegtetők (a foszfátokhoz képest), például citrát jelenlétében vagy úgynevezett "alul lebegtetett" helyzetben is, amely zeolit vagy rétegelt szilikát szennylebegtetőkkal lép fel, meglepően jól működnek. Továbbá, a szekunder (2,3) alkil-szulfát plusz enzim alkotórészek teljesítenek a legjobban gyenge, nem foszfát szennylebegtetők jelenlétében, amelyek hagynak szabad kalciumionokat.

Szilikát szennylebegtetők például az alkálifém-szilikátok, különösen azok, amelyek $\text{SiO}_2:\text{Na}_2\text{O}$ aránya az 1,6:1 és 3,2:1 közötti tartományban van és a rétegelt szilikátok, például a 4 664 839 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírásban (H. P. Rieck) közölt rétegelt nátrium-szilikátok. Egy kristályos rétegelt szilikátot a Hoechst NaSKS-6 márkanéven forgalmaz (itt közönségesen "SKS-6"-nak rövidítjük). A zeolit szennylebegtetőktől eltérően a Na SKS-6 szilikát szennylebegtető nem tartalmaz alumíniumot. Na SKS-6 a $\delta\text{-Na}_2\text{SiO}_3$ morfológiai formájú rétegelt szilikát. Előállíthatjuk például a DE-A-3 417 649 és DE-A-3 742 043 számú német szövetségi köztársaságbeli szabadalmi leírásokban közölt eljárásokkal. A találmánybeli alkalmazásra az

SKS-6 egy nagyon előnyös rétegelt szilikát, azonban más rétegelt szilikátokat, például a $\text{NaMSi}_x\text{O}_{2x+1} \cdot y\text{H}_2\text{O}$ általános képletűeket, amelyekben M jelentése nátriumion vagy hidrogénatom, x értéke 1,9 és 4 közötti szám, előnyösen 2, és y értéke 0 és 20 közötti szám, előnyösen 0, is alkalmazhatunk. A Hoechst-től származó különböző egyéb rétegelt szilikátok között vannak α , β és γ formákként NaSKS-5, NaSKS-7 és NaSKS-11. A találmánybeli alkalmazásra legelőnyösebb a δ - Na_2SiO_5 (NaSKS-6 forma), mint az előzőekben közöltük. Más szilikátok szintén alkalmazhatók, mint például a magnézium-szilikát, amely a granulált készítményekben omlóssá tevő szerként, az oxigénes fehérítőknél stabilizálószerként és habzástgátlószerként szolgálhat.

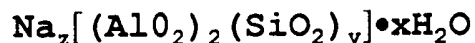
Karbonát szennylebegtetők például az alkáliföld- és alkálifém-karbonátok, amint az 1973. november 15-én közzétett, 2 321 001 számú német szövetségi köztársaságbeli szabadalmi leírásban közlik.

A találmányban különösen alkalmazhatók az alumínium-szilikát szennylebegtetők. Az alumínium-szilikát szennylebegtetők nagy fontosságúak legújabbán piacra hozott tartós terhelésű granulált mosószer készítményekben. Alumínium-szilikát szennylebegtetők az



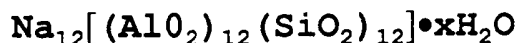
tapasztalati képletű vegyületek, amelyek képletében M jelentése nátrium-, kálium-, ammónium- vagy helyettesített ammóniumion, z értéke körülbelül 0,5 és 2 közötti szám; és y értéke 1; ez az anyag legalább körülbelül 50 mg CaCO_3 keménységgel ekvivalens magnézium ioncserélő kapacitással rendelkezik egy gramm vízmen-

tes alumínium-szilikátra. Előnyös alumínium-szilikátok a következő általános képletű vegyületek:



amely képletben z és y értéke egy egész szám, legalább 6, z -nek y -hoz viszonyított molaránya 1,0 és 0,5 közötti tartományban van, és x egy körülbelül 15 és 264 közötti egész szám.

Alkalmazható alumínium-szilikát ioncserélő anyagok kaphatók a kereskedelemben. Ezek az alumínium-szilikátok lehetnek kristályos vagy amorf szerkezetűek és lehetnek természetesen előforduló alumínium-szilikátok vagy szintetikus eredetűek. Alumínium-szilikát ioncserélő anyagok egy előállítási eljárását közlik Krummel és munkatársai a U.S. 3 985 669 számú szabadalmi iratban. A találmányban alkalmazható előnyös szintetikus, kristályos alumínium-szilikát ioncserélő anyagok Zeolite A, Zeolite P (B) és Zeolite X jelzéssel kaphatók. Egy különösen előnyös megvalósításban a kristályos alumínium-szilikát ioncserélő anyag a következő általános képletű:



amely képletben x értéke körülbelül 20-30, különösen körülbelül 27. Ezt az anyagot Zeolite A-ként ismerjük. Az alumínium-szilikát átmérője előnyösen körülbelül 0,1-10 μm részecskeméretű.

A találmány céljaira megfelelő szerves szennylebegtetők közé tartozik a polikarboxilát vegyületek széles választéka, de nem korlátozódnak azokra. Jelen alkalmazás szerint a "polikarboxilát" több karboxilátcsoporthoz, előnyösen legalább 3 karboxilátcsoporthoz tartalmazó vegyületeket jelent. Polikarboxilát szennylebegtetőt általában a savas formában levő készítményhez

adhatunk hozzá, de hozzáadhatjuk egy semleges sóformában levőhöz is. Amikor sóformában hasznosítjuk, az alkálifémek, például nátrium-, kálium- és lítium- vagy az alkanol-ammóniumsók előnyösek.

A polikarboxilát szennylebegtetők között az alkalmazható anyagok sok osztálya található. A polikarboxilát szennylebegtetők egyik fontos osztálya az éter polikarboxilátokat, beleértve az oxi-diszukcinátot, ahogyan a 3 128 287 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírásban Berg és a 3 635 830 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírásban Lamberti és munkatársai közlik. Lásd a U.S. 4 663 071 számú (Bush et al) szabadalmi iratban közölt "TMS/TDS" szennylebegtetőket is. A megfelelő éter-polikarboxilátok között találhatók gyűrűs vegyületek is, különösen aliciklusos vegyületek, például amelyeket a U.S. 3 923 679; 3 8355 163; 4 158 635; 4 120 874 és 4 102 903 számú szabadalmi iratokban közölnek.

Más alkalmazható tisztító szennylebegtetők az éter hidroxipolikarboxilátok, maleinsavanhidridnek etilénnel vagy vinil-metil-éterrel, 1,2,5-trihidroxibenzol-2,4,6-triszulfonsavval és karboxi-metoxi-borostyánkőssal alkotott kopolimerjei, poliecetsavaknak különböző alkálifém-, ammónium- és helyettesített ammóniumsói, például etilén-diamin-tetraecetsav és nitrilo-tri-ecetsav, valamint polikarboxilátok, például mellitsav, borostyánkőssav, oxi-diborostyánkőssav, polimaleinsav, benzol-1,3,5-trikarbonsav, karboxi-metoxi-borostyánkőssav és ezek oldható sói.

Citrát szennylebegtetők, például a citromsav és oldható sói (különösen a nátriumsó) különleges fontosságú polikarboxilát

szennylebegtetők a tartós terhelésű mosószer készítményeknél, mivel megújítható forrásokból állnak rendelkezésre és biológiailag lebonthatók. Granulált készítményekben is alkalmazhatunk citrátokat, különösen zeolit és/vagy rétegelt szilikát szennylebegtetőkkel kombináltan. Az ilyen készítményekben és kombinációkban különösen alkalmazhatók az oxi-diborostyánkősavak is.

A találmány szerinti mosószer készítményekben alkalmazhatók a 3,3-dikarboxi-4-oxa-1,6-hexándionátok és Bush 4 566 984 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírásában közölt rokonvegyületei. Alkalmazható borostyánkősav szennylebegtetők az 5-20 szénatomos alkil- és alkenil-borostyánkősavak és azok sói. Egy különösen előnyös, ilyen típusú vegyület a dodecenil-borostyánkősav. A szukcinát szennylebegtetők jellemző példái: lauroil-szukcinát, mirisztoil-szukcinát, palmitoil-szukcinát, 2-dodecenil-szukcinát (előnyös), 2-pentadecenil-szukcinát és hasonlóak. Ennek a csoportnak előnyös szennylebegtetői a lauroil-szukcinátok és ezeket az 1986. november 5-én nyilvánosságra hozott 86200690.5/0 200 263 számú európai szabadalmi leírásban közlik.

Egyéb megfelelő polikarboxilátokat közölnek a U.S. 4 144 226 számú (Crutchfield et al) és a U.S. 3 308 067 számú (Diehl) szabadalmi iratokban. Szintén lásd a U.S. 3 723 322 számú (Diehl) szabadalmi iratban.

A készítményekbe további szennylebegtető aktivitás biztosítására beletehetünk zsírsavakat, például 12-18 szénatomos monokarbonsavakat is, önmagukban vagy az előzőekben közölt szennylebegtetőkkel, különösen a citrát és/vagy szennylebegtetőkkel kombináltan. A zsírsavak ily módon való alkalmazása általában a hab-

zás csökkenését eredményezi, amit számításba kell vennünk.

Azokban a helyzetekben, ahol foszfor-alapú szennylebegtetőket alkalmazhatunk, különböző alkálifém-foszfátokat, például a jól ismert nátrium-tripolifoszfátokat, nátrium-pirofoszfátokat és nátrium-ortofoszfátokat használhatjuk. Foszfónát szennylebegtetőket például az etán-1-hidrox-1,1-difoszfónátot és más ismert foszfónátokat (lásd például a U.S. 3 159 581; 3 213 030; 3 422 021; 3 400 148 és 3 422 137 számú szabadalmi iratokban) szintén alkalmazhatunk.

Fehérítő vegyületek. - Fehérítőszerek és fehérítő aktivátorok.

Adott esetben a találmány szerinti mosószer készítmények fehérítőszereket és egy vagy több fehérítő aktivátort tartalmazó fehérítőszereket vagy fehérítő készítményeket tartalmaznak. Amennyiben jelen vannak fehérítőszerek, azok jellemzően körülbelül 1-30 %-át, még jellemzőbben körülbelül 5-20 %-át képezik a mosószer készítménynek, különösen kelmemosásnál. Amennyiben jelen vannak fehérítő aktivátorok, a fehérítőszer-plusz-fehérítő aktivátort tartalmazó fehérítő készítmény jellemzően körülbelül 0,1-60%-ban, még jellemzőbben körülbelül 0,5-40%-ban tartalmazza azt.

A találmányban alkalmazott fehérítőszerek lehetnek bármilyen, a textiltisztításban, kemény felület tisztításban vagy egyéb tisztítási céloknál alkalmazható mosószer készítményekben használható fehérítőszerek, amelyek már ismertek vagy ismertté válnak. Ezek között vannak az oxigénes fehérítők, valamint egyéb fehérítőszerek. A találmányban alkalmazhatjuk a perborát fehérí-

tőket, például nátrium-perborátot (például mono- vagy tetra-hidrátot).

A fehérítőszerek egyik, korlátozás nélkül alkalmazható csoportja a perkarbonsav fehérítőszereket és azok sóit öleli fel. A fehérítőszerek ezen csoportjának megfelelő példái a magnézium-monoperoxifitalát hexahidrát, a meta-klór-perbenzoesav, 4-(nonil-amino)-4-oxo-peroxi-vajsav és diperoxi-dodekándionsav. Ilyen fehérítőszereket közölnek a U.S. 4 483 781 számú (Hartman) szabadalmi iratban, az 1985. június 3-án benyújtott, 740 446 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírásban (Burns et al), az 1985. február 20-án nyilvánosságra hozott, 0 133 354 számú európai szabadalmi leírásban (Banks et al) és a U.S. 4 412 934 számú (Chung et al) szabadalmi iratban. Nagyon előnyös fehérítőszerek között van a 6-(nonil-amino)-6-oxo-peroxi-dikapronsav is, amint a U.S. 4 634 551 számú (Burns et al) szabadalmi iratban közlik.

Alkalmazhatunk peroxigénes fehérítőszereket is. Megfelelő peroxigénes fehérítő vegyületek a nátrium-karbonát-peroxihidrát és az ekvivalens "perkarbonát" fehérítők, pirofoszfát peroxihidrát, karbamid peroxihidrát és nátrium-peroxid. Perszulfát fehérítőt (például OXONE; nagyüzemileg gyártja a DuPont) is alkalmazhatunk.

A fehérítőszerek keverékeit is alkalmazhatjuk.

A peroxigén fehérítőszereket, a perborátokat, a perkarbonátokat, stb. előnyösen kombinálhatjuk fehérítő aktivátorokkal, amely a fehérítő aktivátornak megfelelő peroxisavnak a vizes oldatban (azaz a mosási eljárás alatt) in situ előállításához ve-

zet. Az aktivátorok különböző, nem korlátozó példáit közlik a U.S. 4 915 854 számú (Mao et al) és U.S. 4 412 934 számú szabadalmi iratokban. A nonaoil-oxi-benzolszulfonátok (NOBS) és tetraacetil-etilén-diamin (TAED) aktivátorok jellemzőek, és ezek keverékeit is alkalmazhatjuk. A találmányban alkalmazható egyéb jellemző fehérítőkre és aktivátorokra lásd a U.S. 4 634 551 számú szabadalmi iratot is.

A technika állásában ismertek az oxigénes fehérítőszereken kívül egyéb fehérítőszerek is és ezek hasznosíthatók a találmányban. A nem oxigénes fehérítőszerek egyik különösen érdekes típusát a fénnel aktivált fehérítőszerek, például a szulfonált cink és/vagy alumínium-ftalocianinok képezik. Lásd a U.S. 4 033 718 számú (Holcombe et al) szabadalmi iratban. Amennyiben alkalmazzuk ezeket, a mosószer készítmények jellemzően körülbelül 0,025-1,25 tömeg%-ot tartalmaznak az ilyen fehérítőkből, különösen a szulfonált cink-ftalocianinból.

Polimer szennyeződést kioldó szerek - Bármilyen, a szakemberek számára ismert polimer szennyeződést kioldó szert alkalmazhatunk a találmány szerinti készítményekben és eljárásokban. A polimer szennyeződést kioldó szerek azzal jellemezhetők, hogy rendelkeznek mind hidrofil szegmensekkel, a hidrofób szálak felületének hidrofilezésére, mind hidrofób szegmensekkel, amelyek lerakódnak a hidrofób rostokra és ahhoz hozzátapadva maradnak a mosási és öblítési ciklusok során, és így kapocsként szolgálnak a hidrofil szegmensek számára. Ez a szennyeződést kioldó szerrel való kezelést követően elősegíti, hogy a foltok a későbbi mosási folyamatok során könnyebben eltávolíthatók legyenek.

A találmányban alkalmazható polimer szennyeződést kioldó szerek közé különösen azok a szennyeződést kioldó szerek tartoznak, amelyek:

(a) egy vagy több nemionos hidrofil alkotórésszel rendelkeznek, amelyek alapvetően tartalmazzak

(i) legalább 2 polimerizációs fokú polioxi-etilén szegmenseket vagy

(ii) 2-10 polimerizációs fokú oxi-propilén vagy polioxi-propilén szegmenseket, amelyekben az illető hidrofil szegmens nem ölel fel semmilyen oxi-propilén egységet, hacsak az nem kötődik mindkét végén éterkötésekkel egymás melletti csoportokhoz vagy

(iii) egy oxi-etilén és 1-körülbelül 30 oxi-propilén egységet tartalmazó oxi-alkilén egységek keverékét, amelyben az illető keverék elegendő oxi-etilén egységet tartalmaz ahhoz, hogy a hidrofil alkotórész hidrofilitása kielégítően nagy legyen a hagyományos poliészter, szintetikus szárfelületeken levő szennyeződést kioldó szerlerakódás hidrofilitásának növelésére, az illető hidrofil szegmensek előnyösen legalább 25% oxi-etilén egységet és még előnyösebben, különösen a körülbelül 20-30 oxi-propilén egységgel rendelkező ilyen alkotórészekre, legalább körülbelül 50% etilénoxid egységet tartalmazzak; vagy

(b) egy vagy több hidrofób alkotórésszel rendelkeznek, amelyek tartalmazzak

(i) 3 szénatomos oxi-alkilén-tereftalát szegmenseket, és amennyiben az illető hidrofób alkotórészek oxietilén-tereftalát egységeket is tartalmazzak, akkor ezekben az oxi-

etilén-tereftalát:3 szénatomos oxi-alkilén-tereftalát egységek aránya körülbelül 2:1, vagy kisebb,

(ii) 4-6 szénatomos alkilén vagy 4-6 szénatomos oxialkilén szegmenseket vagy ezeket magukba foglaló keverékeket,

(iii) poli(vinil-észter) szegmenseket, előnyösen legalább 2 polimerizációs fokú poli(vinil-acetát)-ot, vagy

(iv) 1-4 szénatomos alkil-éter és/vagy 4 szénatomos hidroxi-alkil-éter szubsztituenseket vagy azokat magukba foglaló keverékeket, amelyekben az illető szubsztituensek 1-4 szénatomos alkil-éter vagy 4 szénatomos hidroxi-alkil-éter cellulóz származékainak vagy azokat magukba foglaló keverékeknek formájában vannak jelen, és az ilyen cellulóz származékok amfifilek, ami által rendelkeznek szükséges mennyiségű 1-4 szénatomos alkil-éter és/vagy 4 szénatomos hidroxi-alkil-éter egységgel a hagyományos szintetikus poliészter szálfelületeken való lerakódáshoz és a szálfelület hidrofilitásának megnöveléséhez szükséges mennyiségű hidroxicsoport visszatartásához, ha egyszer hozzátapadtak az ilyen hagyományos szintetikus szálfelülethez, vagy (a) és (b) egy kombinációját tartalmazzák.

Jellemzően (a)(i) polioxi-etilén szegmensei 2-körülbelül 200 polimerizációs fokúak, bár a nagyobb, előnyösen 3-körülbelül 150, még előnyösebben 6-körülbelül 100 közötti polimerizációs fokúakat alkalmazhatjuk. Megfelelő 4-6 szénatomos oxi-alkilén hidrofób szegmensek közé tartoznak, de nem korlátozódnak azokra, a polimer szennyeződést kioldó szerek lánczáró csoportjai, például az $\text{MO}_3\text{S}(\text{CH}_2)_n\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{O}-$ általános képletű csoport, amelyben M jelentése nátriumion, és n értéke 4-6 közötti egész szám, aho-

gyan a U.S. 4 721 580 számú (Gosselink) szabadalmi iratban közlik.

A találmányban alkalmazható polimer szennyeződést kioldó szerek közé cellulóz származékok, például hidroxí-éter cellulóz polimerek, etilén-tereftalátnak vagy propilén-tereftalátnak polioxi-etilén- vagy polioxi-propilén-tereftaláttal alkotott kopolimer blokkjai és hasonlók. Ilyen szerek kaphatók a kereskedelemben és cellulóz hidroxí-étereit, például a (METHOCEL-t (Dow) foglalják magukban. A találmányban alkalmazható cellulóz szennyeződést kioldó szerek tartalmazzák az 1-4 szénatomos alkil- és 4 szénatomos hidroxí-alkil-cellulózok közül kiválasztott szereket; lásd a U.S. 4 000 093 számú (Nicol et al) szabadalmi iratban.

A poli(vinil-észter) hidrofób szegmenssel jellemzett szennyeződést kioldó szerek poli(vinil-észter), például 1-6 szénatomos vinil-észterek ojtott kopolimerjeit tartalmazzák, előnyösen poli(vinil-acetát)-ot ojtunk polioxi-alkilén gerincekbe, például polioxi-etilén gerincekbe. Lásd az 1987. április 22-én nyilvánosságra hozott, 0 219 048 számú európai szabadalmi leírásban (Kud et al). Ilyen típusú, kereskedelemben kapható szennyeződést kioldó szerek a SOKALAN típusú anyag, például SOKALAN HP-22, kapható a BASF-től (Német Szövetségi Köztársaság).

Az előnyös szennyeződést kioldó szerek egyik típusa etilén-tereftalát és polioxi-etilén (PEO)-tereftalát véletlen (random) blokkpolimerje. Ennek a polimer szennyeződést kioldó szernek molekulatömege körülbelül 25000-55000 közötti tartományban van. Lásd a U.S. 3 959 230 számú (Hays) és U.S. 3 893 929 számú

(Basadur) szabadalmi iratokban.

Másik előnyös polimer szennyeződést kioldó szer egy 10-15 tömeg% etilén-tereftalát egységet, 90-80 tömeg% egy 300-5000 átlagos molekulatömegű poli(oxi-etilén-glikol)-ból származó polioxi-etilén-tereftalát egységgel együtt tartalmazó ismétlődő etilén-tereftalát egységekkel rendelkező poliészter. Ilyen polimer például a kereskedelemben kapható ZELCON 5126 anyag (a Dupont-tól) és MILEASE T (ICI-től). Lásd a U.S. 4 702 857 számú (Gosselink) szabadalmi iratban is.

Másik előnyös polimer szennyeződést kioldó szer egy lényegében lineáris észter oligomer szulfonált terméke, amely tereftaloil és oxi-alkenil-oxi ismétlődő egységekből épült oligomer észtergerincet és a gerinchez kovalens kötéssel csatlakozó végcsoportokat tartalmaz. Ezeket a szennyeződést kioldó szereket részletesen közlik a U.S. 4 968 451 számú (J. J. Scheibel és E. P. Gosselink) szabadalmi leírásban.

Egyéb megfelelő polimer szennyeződést kioldó szerek a U.S. 4 711 730 számú (Gosselink et al) szabadalmi iratban közölt szennyeződést kioldó szerek, a U.S. 4 721 580 számú (Gosselink) szabadalmi iratban közölt anionos láncvégződésű oligomer észterek és a U.S. 4 702 857 számú (Gosselink) szabadalmi iratban közölt blokk poliészter oligomer vegyületek.

Előnyös polimer szennyeződést kioldó szerek a U.S. 4 877 896 számú (Maldonado et al) szabadalmi iratbeli szennyeződést kioldó szerek, amelyek anionos, különösen szulfo-aroil végcsoportú tereftalát észterek.

A találmány szerinti mosószer készítmények, amennyiben

hasznosítunk szennyeződést kioldó szereket, azokat körülbelül 0,01-10,0 tömeg%-ban, jellemzően körülbelül 0,1-5 tömeg%-ban, előnyösen körülbelül 0,2-3,0 tömeg%-ban tartalmazzák.

Kelátképzőszerek - A találmány szerinti mosószer készítmények adott esetben egy vagy több vas és/vagy mangán kelátképzőszert tartalmazhatnak. Az ilyen kelátképzőszereket amino-karboxilátok, amino-foszfónátok, polifunkcionálisan helyettesített aromás kelátképzőszerek és ezek keverékeinek csoportjából választhatjuk ki. Anélkül, hogy az elmélethez kívánnánk kötődni, úgy véljük, hogy ezen anyagok haszna részben a mosódoldatokból oldható kelátok képzésével kivételes vas- és mangánion eltávolító képességük következménye.

Az adott esetben kelátképzőszerként alkalmazható amino-karboxilátok a etilén-diamin-tetraacetátok, N-hidroxi-etilén-diamin-triacetátok, nitrilo-triacetátok, etilén-diamin-tetra-propionátok, trietilén-tetraamin-hexaacetátok, dietilén-triamin-pentaacetátok és etanol-diglicinek, alkálifém-, ammónium- és helyettesített ammóniumsók és ezek keverékei.

A találmány szerinti készítményekben kelátképzőszerekként való alkalmazásra az amino-foszfónátok is megfelelőek, ha legalább kis mennyiségű összes foszfortartalom engedélyezett a mosószer készítményekben, és ezek magukban foglalják az etilén-diamin-tetrakis-(metilén-foszfónátok)-at, nitrilo-trisz(metilén-foszfónátok)-at és a dietilén-triamin-pentakisz(metilén-foszfónátok)-at, mint DEQUEST-et. Ezek az amino-foszfónátok előnyösen nem tartalmazznak körülbelül 6 szénatomosnál nagyobb alkil- vagy alkenilcsoportokat.

A találmány szerinti készítményekben polifunkcionálisan helyettesített aromás kelátképzőszereket is alkalmazhatunk. Lásd a U.S. 3 812 044 számú (Connor et al) szabadalmi iratban. Az ilyen típusú előnyös, sav formájú vegyületek a dihidroxi-diszulfó-benzolok, például 1,2-dihidroxi-3,5-diszulfó-benzol.

A találmányban alkalmazható biológiailag lebontható, előnyös kelátképző az etilén-diamin-diszukcinát ("EDOS"), ahogyan a U.S. 4 704 233 számú (Hartman és Perkins) szabadalmi iratban közlik.

Amennyiben alkalmazzuk ezeket a kelátképző szereket, a találmány szerinti mosószer készítmények általában körülbelül 0,1-10 tömeg%-ot tartalmaznak ezekből. Amennyiben alkalmazunk kelátképzőszereket, az ilyen készítmények még előnyösebben körülbelül 0,1-3,0 tömeg%-ot tartalmaznak ezekből.

Agyag, szennyeződést eltávolító/újra lerakódás elleni szerek - A találmány szerinti készítmények adott esetben tartalmazhatnak agyag szennyezést eltávolító és újra lerakódás elleni tulajdonságokkal rendelkező, vízben oldható etoxilezett aminokat is. Azok a granulált mosószer készítmények, amelyek ezeket a vegyületeket tartalmazzák, jellemzően körülbelül 0,01-20 tömeg% vízben oldható etoxilezett amint tartalmaznak.

A legelőnyösebb szennyeződést kioldó és újra lerakódás elleni szer az etoxilezett tetraetilén-pentamin. Etoxilezett aminok példáit közlik továbbá a U.S. 4 597 898 számú (VanderMeer) szabadalmi iratban. Az előnyös agyag, szennyeződést eltávolító/újralerakódás elleni szerek másik csoportja az 1984. június 27-én nyilvánosságra hozott, 1111 965 számú (Oh és

Gosselink) európai szabadalmi leírásban közölt kationos vegyületek. Egyéb alkalmazható agyag, szennyeződést eltávolító/újralerakódás elleni szerek között vannak az 1984. június 27-én nyilvánosságra hozott, 111 984 számú (Gosselink) európai szabadalmi leírásban közölt etoxilezett amin-polimerek; az 1984. július 4-én nyilvánosságra hozott, 112 592 számú (Gosselink) európai szabadalmi leírásban közölt ikerionos polimerek; és a U.S. 4 548 744 számú (Connor) szabadalmi iratban közölt amin-oxidok. A találmány szerinti készítményekben alkalmazhatunk, a technika állásában ismert egyéb agyag szennyeződést eltávolító és/vagy újra lerakódás elleni szereket is. Más típusú előnyös újra lerakódás elleni szerek a karboxi-metilcellulóz (CMC) anyagok. Ezek az anyagok a technika állásában jól ismertek.

Polimer diszpergálószerek - A találmány szerinti készítményekben körülbelül 0,1-7 tömeg% mennyiségben, különösen zeolit és/vagy rétegelt szilikát szennylebegtetők jelenlétében, előnyösen alkalmazhatunk polimer diszpergálószeret. Megfelelő polimer diszpergálószer a polikarboxilátok és polietilén-glikolok, bár a technika állásában ismert egyéb szereket is alkalmazhatunk. Úgy véljük, - bár nem akarjuk, hogy az elmélet korlátozzon bennünket - hogy a polimer diszpergálószer más szennylebegtetőkkel (beleértve a kisebb molekulatömegű polikarboxilátokat) kombinációban alkalmazva, a kristálynövekedés gátlásával megnövelik az általános tisztító hatású szennylebegtető teljesítményt, különösen a szemcsés szennyeződést kioldó peptizálást és az újra lerakódás gátlását.

A polimer polikarboxilát anyagokat megfelelő telítetlen mo-

nomereknek, előnyösen sav formájukban való polimerizálásával vagy kopolimerizálásával állíthatunk elő. A megfelelő polimer polikarboxilátok kialakítására polimerizálható telítetlen monomer savak az akrilsav, maleinsav (vagy maleinsavanhidrid), fumársav, itakonsav, akonitsav, mezakonsav, citrakonsav és metilén-malonsav. A találmány szerinti polimer polikarboxilátokban karboxilát csoportokat nem tartalmazó monomer szegmensek, például metil-vinil éter, sztírol, etilén, stb. jelenléte megfelelő, feltéve, hogy az ilyen szegmensek nem alkotnak körülbelül 40 tömeg%-nál nagyobb részt.

Különösen megfelelő polimer polikarboxilátokat származtathatunk akrilsavból. Az ilyen, találmányban alkalmazható akrilsav alapú polimerek polimerizált, vízben oldható akrilsavsók. Az ilyen polimerek átlagos molekulatömege savformában előnyösen körülbelül 2000-10000, még előnyösebben körülbelül 4000-7000 és legelőnyösebben körülbelül 4000-5000 tartományban van. Az ilyen akrilsav polimerek vízben oldható sói tartalmazhatnak például alkálifém-, ammónium- és helyettesített ammóniumsókat. Az ilyen típusú oldható polimerek ismert anyagok. Az ilyen típusú poliakrilátoknak mosószer készítményekben való alkalmazását közlik például a 3 308 067 számú (Diehl) amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírásban.

Akrilsav/maleinsav alapú kopolimereket is alkalmazhatunk a diszpergáló/újra lerakódás elleni szer előnyös alkotórészeként. Ilyen anyagok akrilsav és maleinsav kopolimerek vízben oldható sói. Az ilyen sav formájú kopolimerek átlagos molekulatömege körülbelül 2000-100000, még előnyösebben körülbelül 5000-75000,

legelőnyösebben körülbelül 7000-65000 tartományban van. Az ilyen kopolimerekben az akrilátnak a maleát szegmensekhez való aránya általában körülbelül 30:1-től körülbelül 1:1-ig, előnyösebben körülbelül 10:1-től 2:1-ig terjedő. Az ilyen akrilsav/maleinsav kopolimerek vízben oldható sói lehetnek például az alkálifém-, ammónium- és helyettesített ammóniumsók. Az ilyen típusú oldható akrilát/maleát kopolimerek ismert anyagok, amelyeket az 1982. december 15-én nyilvánosságra hozott, 66915 számú európai szabadalmi leírásban közölnek.

A találmány szerinti készítményekbe foglalható egyéb polimer anyag a polietilén-glikol (PEG). PEG diszpergálószerként működhet, valamint agyag, szennyeződést eltávolító/újra lerakódás ellenes szerként szerepelhet. Ezen célokra szolgáló jellemző molekulatömege körülbelül 500-100000, előnyösebben körülbelül 1500-10000 közötti tartományban van.

Poliaszpartát és poliglükamát diszpergálószereket is alkalmazhatunk, különösen zeolit szennylebegtetőkkel kapcsolatosan.

Színénkítőszer. - Bármilyen, a technika állásában ismert optikai élénkítőszereket vagy egyéb élénkítőszeret vagy fehérítőszeret, jellemzően körülbelül 0,05-1,2 tömeg%-ban beletehetünk a találmány szerinti mosószer készítményekbe. A találmányban alkalmazható kereskedelmi színélénkítőszeret alcsoportokba oszthatjuk, amelyek sztilbén, pirazolin, kumarin, karbonsav, metin-cianinok, dibenzotifén-5,5-dioxid, azolok, 5- és 6-tagú gyűrűs heterociklusos vegyületek származékait és egyéb, különféle szereket tartalmazhatnak, de nem korlátozódnak szükségszerűen ezekre. Az ilyen színélénkítőszerre közöl példákat

M. Zahradnik, "A fluo-reszcensz élénkítőszeres előállítása és alkalmazása" című, John Wiley & Sons, New York (1982) által kiadott munkájában.

A találmány szerinti készítményekben alkalmazható optikai színélénkítőszeres jellemző példái a U.S.A. 4 790 856 számú (Wixon) szabadalmi iratban azonosított színélénkítőszeres. Ezen színélénkítőszeres közé tartoznak a veronai PHORWHITE sorozatbeli színélénkítőszeres. Ebben a hivatkozásban közölt egyéb színélénkítőszeres: Tinopal UNPA, Tinopal CBS és Tinopal 5BM; amelyek Ciba-Geigy-től szerezhetők be; Arctic White CC és Arctic White CWD, amelyek az Olaszországban lévő Hilton-Davis-től szerezhetők be; a 2-(4-sztiril-fenil)-2H-naftol[1,2-d]-triazolok; 4,4'-bisz(1,2,3-triazol-2-il)-sztilbének; 4,4'-bisz(sztiril)-biszfenilek és az amino-kumarinok. Ezeknek a színélénkítőszeresnek jellemző példái a 4-metil-7-dietil-amino-kumarinok; 1,2-bisz(benzimidazol-2-il)-etilén; 1,3-difenil-frazolinok; 2,5-bisz(benzoxazol-2-il)-tiofén; 2-sztiril-naft[1,2-d]oxazol és 2-(sztilbén-4-il)-2H-nafto-[1,2-d]triazol. Lásd a U.S. 3 646 015 számú (Hamilton) szabadalmi iratban is.

Habzásgátlók - A találmány szerinti készítményekbe tehetünk habképződést csökkentő vagy gátló vegyületeket is. A habzásgátlás különleges fontosságú lehet olyan körülmények között, a melyeket az európai stílusú, elől megrakható mosodai mosógépek-nél találhatunk, vagy a 4 489 455 és 4 489 574 számú amerikai egyesült államokbeli szabadalmi leírásokban közölt koncentrált mosási eljárásban vagy adott esetben, ha a találmány szerinti mosószer készítmények viszonylag nagyon habzó felületaktív se-

gédanyagot tartalmaznak.

Habzástátlóként az anyagok széles körét alkalmazhatjuk, és a habzástátlók jól ismertek a szakemberek előtt. Lásd például Kirk Othmer; Kémiai technológiai enciklopédia című könyvének 7. kötetében, a 430-447 oldalakon [John Wiley & Sons, Inc.; 3. kiadás, (1979)]. A különösen érdekes egyik habzástátló csoport az egybázisú zsírsavakat és azok oldható sóit tartalmazza. A habzástátlóként alkalmazható egybázisú zsírsavak és oldható sóik jellemzően 10-24 szénatomos, előnyösen 12-18 szénatomos szénhidrogénláncúak. Megfelelő sók az alkálifémsók, például nátrium-, kálium- és lítiumsók és az ammónium és alkanol-ammóniumsók.

A találmány szerinti mosószer készítmények nem felületaktív habzástátlókat is tartalmazhatnak. Ezek például: a nagy molekulatömegű szénhidrogének, például paraffin, zsírsav-észterek (például zsírsav-trigliceridek), egyértékű alkoholok zsírsav észterei, 18-40 szénatomos alifás ketonok (például sztearon), stb. Egyéb habzástátlók az N-alkilezett amino-triazinok, például tri-hexa-alkil-melaminok vagy cianur-kloridnak két vagy háromból 1-24 szénatomot tartalmazó primer vagy szekunder aminnal, propilén-oxiddal és monosztearoil-alkohol-foszfátészterrel és monosztearoil-dialkálifém-(például kálium-, nátrium- és lítium-)-foszfátokkal és -foszfát-észterekkel képzett termékeiként előállított di-tetra-alkil-diamin-klór-triazinok. A szénhidrogéneket, például paraffinokat és paraffin-halogenideket folyékony formában hasznosíthatjuk. A folyékony szénhidrogének szobahőmérsékleten és atmoszférikus nyomáson folyadékok és van egy gyenge pontjuk a körülbelül -40°C - 5°C tartományban, és minimális forr-

pontjuk (atmoszférikus nyomáson) körülbelül 110°C -nál nem kisebb. Viaszos szénhidrogéneket, előnyösen körülbelül 100°C alatti olvadáspontúakat is tudunk hasznosítani. A mosószer készítményeknél a szénhidrogének a habzásgátlók egy előnyös csoportját alkotják. Szénhidrogén habzásgátlókat közölnek például a U.S. 4 265 779 számú (Gandolfo et al) szabadalmi iratban. Így a szénhidrogének a körülbelül 12-70 szénatomos alifás, aliciklusos, aromás és heterociklusos telített vagy telítetlen szénhidrogéneket tartalmazzák. A "paraffin" kifejezés, ebben a habzásgátló tárgyalásban való alkalmazása szerint a valódi paraffinok és a gyűrűs szénhidrogének keverékeit szándékozza magában foglalni.

A nem felületaktív habzásgátlók másik előnyös csoportja a szilikon habzásgátlókat tartalmazza. Ez az osztály szerves polisziloxán olajoknak, például poli(dimetil-sziloxán)-nak, szerves polisziloxán olajok vagy gyanták diszperzióinak vagy emulzióinak és szerves polisziloxánnak szilikagél részecskékké való kombinációinak – amelyekben a szerves polisziloxánt kemoszorpcióval visszefel a szilikagélre – alkalmazását tartalmazza. A szilikon habzásgátlók a technika állásában jól ismertek, és például a U.S. 4 265 779 számú (Gandolfo et al) szabadalmi iratban és az 1990. február 7-én nyilvánosságra hozott (Starch, M. S.), 89307851.9 számú európai szabadalmi leírásban közlik ezeket.

Más szilikon habzásgátlókat a U.S. 3 455 839 számú, habmentesítő vizes oldat készítményekre és kis mennyiségű poli(dimetil-sziloxán) folyadékoknak beletételével való előállítására vonatkozó szabadalmi iratban közölnek.

Szilikon és szilanizált szilikagél keverékeit közlik például a DOS 2 124 526 számú német szövetségi köztársaságbeli szabadalmi leírásban. Granulált mosószer készítményekben levő szilikon habmentesítőket és habszabályozó szereket közölnek a U.S. 3 933 672 számú (Bartolotta et al) és U.S. 4 652 392 számú (Baginski et al) szabadalmi iratokban.

A találmány szerinti alkalmazásra szolgáló szilikon alapú habzásgátló például egy habzásgátlásra alkalmas mennyisaégű, alapvetően a következő összetételű habszabályozószer:

- (i) poli(dimetil-sziloxán) folyadék, 25°C-on körülbelül 20 és 1500 cS. közötti viszkozitású;
- (ii) körülbelül 5-50 tömegrész, körülbelül 0,6:1 és körülbelül 1,2:1 közötti arányú $(\text{CH}_3)_3\text{SiO}_{1/2}$ egységből és SiO_2 egységből összeállított sziloxán gyanta 100 rész (i)-re; és
- (iii) egy szilárd szilikagélből körülbelül 1-20 tömegrész 100 rész (i)-re.

A találmányban alkalmazható előnyös szilikon habzásgátlóban a folytonos fázishoz való oldószert bizonyos polietilén-glikolokból vagy polietilén-polipropilén-glikol kopolimerekből vagy ezek keverékeiből (előnyös) állítjuk össze, és nem polipropilén-glikolból. A primer szilikon habzásgátló elágazó/térhálósított, nem pedig lineáris.

Ennek a pontnak további bemutatására szabályozott habzású jellemző mosószer készítmények adott esetben körülbelül 0,001-1 tömeg%-ot, előnyösen körülbelül 0,01-0,7 tömeg%-ot, legelőnyösebben körülbelül 0,05-0,5 tömeg%-ot tartalmaznak az illető

szilikon habzásgátlóból, amely tartalmazza (1) egy primer habzásgátlószer nemvizes emulzióját, amely (a) egy szerves polysziloxán, (b) egy sziloxán gyanta vagy egy sziloxán gyantát termelő szilikonvegyület, (c) egy finoman aprított töltőanyag, és (d) az (a), (b) és (c) keverék alkotórészeknek szilanolátok képzésére irányuló reakcióját elősegítő katalizátor keveréke: (2) legalább egy nemionos szilikon felületaktív anyagot: és (3) polietilénglikolt vagy polietilén-polipropilénglikol kopolimert polipropilénglikol nélkül, amelynek vízben való oldhatósága szobahőmérsékleten körülbelül 2 tömeg%-nál nagyobb. Hasonló mennyiségeket alkalmazhatunk granulált készítményekben, gélekben, stb. Lásd a U.S. 4 978 471 és 4 983 316 számú (Starch) szabadalmi iratokban és a U.S. 4 639 489 és 4 749 740 számú (Aizawa et al) szabadalmi iratokban az 1. hasáb 46. sorától a 4. hasáb 35. soráig.

A találmány szerinti szilikon habzásgátlók előnyösen polietilénglikolt vagy polietilénglikol/polipropilénglikol kopolimert tartalmaznak, amelyek mindegyike körülbelül 1000-nél kisebb, előnyösen körülbelül 100 és 800 közötti átlagos molekulatömegű. A találmány szerinti polietilénglikol vagy polietilénglikol/polipropilénglikol kopolimer vízben való oldhatósága szobahőmérsékleten több körülbelül 2 tömeg%-nál, előnyösen több körülbelül 5 tömeg%-nál.

A találmány szerinti előnyös oldószer körülbelül 1000-nél kisebb, előnyösebben körülbelül 100 és 800 közötti, legelőnyösebben körülbelül 200 és 400 közötti átlagos molekulatömegű polietilénglikol és egy előnyösen PPG 200/PEG 300 polieti-

lénnglikol/polipropilénnglikol kopolimer. Előnyös a körülbelül 1:1 és 1:10 közötti, legelőnyösebb az 1:3 és 1:6 közötti polietilénnglikol:polietilén-polipropilénnglikol kopolimer tömegarány.

A találmány szerinti előnyös szilikon habzásgátlók különösen 4000 molekulatömegű polipropilénnglikolt nem tartalmaznak. Ezek előnyösen szintén nem tartalmaznak a PLURONIC101-hez hasonló etilén-oxid és propilén-oxid blokk kopolimereket.

A találmányban alkalmazható egyéb habzásgátlók szekunder alkoholokat (például 2-alkil-alkanolokat) és az ilyen alkoholoknak szilikonolajokkal, például a U.S. 4 798 679, 4 075 118 számú és EP 150 872 számú szabadalmi iratokban közölt szilikonokkal alkotott keverékei. A szekunder alkoholok 1-16 szénatomos láncal rendelkező, 6-16 szénatomos alkil-alkoholok. Egy előnyös alkohol a 2-butil-oktil-alkohol, amely a Condea-tól, ISOFOL 12 márkanéven kapható. Szekunder alkoholok keverékei Enichem-től, ISALCHEN 123 márkanéven kaphatók. A kevert habzásgátlók jellemzően alkohol + szilikon 1:5 és 5:1 közötti tömegarányú keverékeit tartalmazzák.

Bármilyen, automatikus mosodai mosógépekben alkalmazandó mosószer készítménynél nem képződhet olyan mértékben hab, hogy kifollyon a mosógépből. Ha alkalmazunk habzásgátlókat, azok előnyösen "habképződést gátló mennyiség"-ben vannak jelen. "Habképződést gátló mennyiség"-en azt értjük, hogy ebből a habszabályozószerből olyan mennyiséget választhatunk, hogy az kielégítően csökkentse a habképződést, az automatikus mosodai mosógépekben való alkalmazásra szolgáló fékezett habzású mosodai mosószerkészítmény nyeréséhez.

A találmány szerinti készítmények általában 0-tól körülbelül 5 %-ig tartalmazznak habzágátlót. Ha egybázisú zsírsavakat és sóikat habzágátlóként alkalmazunk, azok jellemzően a mosószer készítménynek körülbelül 5 tömeg%-áig terjedő mennyiségben vannak jelen. Előnyösen körülbelül 0,5-3 % zsírsav monokarboxilát habzágátlót alkalmazunk. Szilikon habzágátlókat jellemzően a mosószer készítménynek körülbelül 2 tömeg%-áig terjedő mennyiségben alkalmazunk, bár nagyobb mennyiségeket is használhatunk. Ez a felső határ természetesen elsődlegesen a költségek minimális értéken tartása tekintetében és a kisebb mennyiségnek a habzás eredményes szabályozásában való hatékonysága következtében praktikus. Előnyösen körülbelül 0,01-1 %, még előnyösebben körülbelül 0,25-0,5 % szilikon habzágátlót alkalmazunk. Jelen alkalmazás szerint ezek a tömegszázalék értékek magukban foglalnak bármilyen szilikagélt, amelyet szerves polisziloxánokkal, valamint valamint bármilyen segédanyaggal kombináltan alkalmazhatunk. A monosztearil-foszfát habzágátlókat általában a készítménynek körülbelül 0,1-2 tömeg%-áig terjedő mennyiségben alkalmazhatjuk. A szénhidrogén habzágátlókat jellemzően a készítménynek körülbelül 0,01-5,0 tömeg%-áig terjedő mennyiségben alkalmazhatjuk, bár használhatunk nagyobb mennyiségeket is. Az alkohol habzágátlókat jellemzően a végső készítménynek körülbelül 0,2-3 %-ában alkalmazhatjuk.

A találmány szerinti felületaktív készítményeket az előzőekben közölt alkotórészekén kívül egy sor egyéb segédanyaggal együtt is alkalmazhatjuk, amelyek a különböző készítményekben még további előnyöket nyújtanak a találmány oltalmi körén belül.

A következőkben egy sor ilyen segédanyag alkotórészt bemutatunk, azonban nem szándékozunk a segédanyag alkotórészeket ezekre korlátozni.

Kelme-lágyítók - Különböző, a mosás teljes ideje alatt ható kelme-lágyítókat, különösen a U.S. 4 062 647 számú (Storm és Nirschl) szabadalmi iratbeli feltárhatatlan smektit agyagokat, valamint a technika állásában ismert egyéb lágyító agyagokat alkalmazhatunk adott esetben a találmány szerinti készítményekben, jellemzően körülbelül 0,5-10 tömeg% mennyiségben a kelmetisztítással egyidejű kelme-lágyítási előnyök biztosítására. Ag-yag lágyítókat alkalmazhatunk amin és kationos lágyítókkal kombináltan, ahogyan például a U.S. 4 375 416 számú (Crisp et al) és U.S. 4 291 071 számú (Harris et al) szabadalmi iratokban közlik.

Egyéb alkotórészek - A találmány szerinti készítményekben alkalmazható egyéb alkotórészek széles választékát beletehetjük a találmány szerinti készítményekbe, beleértve más aktív alkotórészeket, hordozókat, kezelési segédanyagokat, festékeket vagy pigmenteket. Ha nagy habzó-képesség kívánatos, akkor habosítószereket, például 10-16 szénatomos alkanol-amidokat, jellemzően 1-10% mennyiségben tehetünk a készítményekbe. A 10-14 szénatomos monoetanol- és dietanol-amidok az ilyen habosítószerek egy jellemző csoportját mutatják be. Az ilyen habosítóknak nagy habzó-képességű felületaktív segédanyagokkal, például az előzőekben közölt amin-oxidokkal, betainokkal és szultainokkal való alkalmazása is előnyös. Amennyiben kívánatos, további habzás biztosítására oldható magnéziumsókat, például magnézium-kloridot, magnézium-szulfátot és hasonlókat is beletehetünk, jellemzően

0,1-2% mennyiségben.

A találmány szerinti készítményekben alkalmazott különböző tisztító hatású alkotórészeket adott esetben tovább stabilizálhatjuk az illető alkotórészek porózus, hidrofób szubsztrátra való abszorbeálásával, azután az illető szubsztrát hidrofób bevonattal való bevonásával. A tisztító hatású alkotórészt a porózus szubsztrátra való abszorbeálás előtt előnyösen összekeverjük egy felületaktív anyaggal. Alkalmazáskor a tisztító hatású alkotórész a szubsztrátból kioldódik a vizes mosófolyadékba, ahol kifejti szándékolt tisztító hatású funkcióját.

Ennek a technológiának részletesebb bemutatására egy porózus, hidrofób szilikagél (márkanéve SIPERNAT D10, DeGussa) összekeverünk egy, 3-5% 13-15 szélnatomos etoxilezett alkohol EO97) nemionos felületaktív anyagot tartalmazó proteolitikus enzimmoldattal. Az enzim/felületaktív anyag oldat jellemzően a szilikagél tömegének 2,5-szerese. Az eredményül kapott port keveréssel, szilikonolajban diszpergáljuk 500-12500 viszkozitás tartományban levő különböző szilikonolajokat alkalmazhatunk). Az eredményül kapott szilikonolaj diszperziót emulgeáljuk, vagy más módon adjuk hozzá a végső mosószer matrixhoz. Ezzel az eszközzel az alkotórészeket, például az előzőekben említett enzimeket, fehérítőszereket, fehérítő aktivátorokat, fehérítő katalizátorokat, fotoaktivátorokat, festékeket, fluoreszcereket, kelmekondicionálókat és hidrolizálható felületaktív anyagokat "védhetjük" a mosószerekben való alkalmazáshoz.

A találmány szerinti módon előállított vízben oldható részeket a következőket tartalmazzák.

1.példa

Nagy aktivitású, vízben jól oldódó mosószer részecskéket a következő alkotórészek együttes megolvasztásával és a megszilárdult olvadék aprításával állítunk elő.

<u>Alkotórész</u>	<u>tömeg %</u>
16 szénatomos SAS	80
16 szénatomos primer alkil-szulfát	6
14-16 szénatomos N-metil-glükamid	10
12-14 szénatomos alkohol-etoxilát (EOS)	4

2.példa

Nagy aktivitású, vízben jól oldódó mosószer részecskéket a következő alkotórészek agglomerálásával állítunk elő. A szabad nedvességtartalmat körülbelül 10 % alatt tartjuk.

<u>Alkotórész</u>	<u>tömeg %</u>
14-16 szénatomos SAS	20
14-16 szénatomos N-metil-glükamid	10
16 szénatomos primer alkil-szulfát	10
Zeolite A (1-10 µm)	40
SKS-6	15
Szilikagél* és egyéb alkotórészek	Kiegészítés 100-ra

*A szilikagélt (1 µm) gördülékeny segédanyagként rászórjuk a részecskék külső felületére.

A találmány szerinti mosószer készítmény végtermékeket kevert felületaktív anyag/másodlagos felületaktív anyag részecskék alkalmazásával oly módon állítjuk elő, hogy a vizes tisztítási eljárás alatt a mosóvíz pH értéke körülbelül 6,5-11 között, elő-

nyösen körülbelül 7,5-10,5 között legyen. Az ajánlott felhasználási mennyiségeknél a pH szabályozási technológiák pufferek, lúgok, savak, stb alkalmazását foglalják magukban és a szakemberek számára jól ismertek.

A következő, nem korlátozó példák jellemzőek, amelyek bemutatják a találmány szerinti szekunder (2,3)-alkil-szulfátok alkalmazását mosószer készítmények előállítására.

A találmány szerinti szemcsés termékek általános előállítási eljárása három megkülönböztetett lépést tartalmaz: (1) az alkotórészek agglomerálását a közös alapanyag készítmény előállítására, amelyet; (2) a különböző alkotórészeknek a (1) lépésben képzett agglomerátummal való összekeverése (például perkarbonát fehérítőnek, fehérítő aktivátoroknak, és hasonlóknak) követ; (3) anyagok, például illatanyag permetezése a kész keverék felületére.

Az alapanyag készítményt néhány hőre érzékeny felületaktív anyag lebomlásának megakadályozása érdekében a porlasztva szárítással ellentétesen, agglomeráljuk. Az eredményül kapott termék egy (600 g/l-től 800 g/l-ig terjedő) nagy sűrűségű, gördülékeny mosószer keverék, amelyet a jelenlegi porlasztva szárított mosodai mosószerek helyett alkalmazhatunk.

Az alapanyag agglomerálás (előzőekben 1.lépés) tekintetében ez az eljárás négy lépést tartalmaz:

(A) egy felületaktív anyag paszta előállítását keverők, például a T-sorozatú Readco Standard Sigma keverő alkalmazásával;

(B) poralakú alkotórészek agglomerálását a felületaktív

pasztával, keverők, például az R-típusú Eirich keverő alkalmazásával;

(C) az agglomerátumok szárítását, például egy szakaszos típusú Aeromatic fluidizált ágy vagy egy folytonos típusú statikus vagy vibrációs fluidizált ágy (NIRO, Bepex vagy Carrier Companies) alkalmazásával; és

(D) az agglomerátumok bevonását egy keverő, például egy R-típusú Eirich keverő alkalmazásával.

A következőkben részletesebben ismertetjük az agglomerálási lépést.

A lépés - Felületaktív anyag paszta előállítása - A feladat, a készítményekben levő folyadékoknak és felületaktív anyagoknak egy közös keverékbe vitele a felületaktív anyag oldhatóvá tételének és agglomerálásának elősegítése céljából. Ebben a lépésben a felületaktív anyagokat kevert részecskékként állítjuk elő. A készítményben levő egyéb folyékony alkotórészeket egy Sigma keverővel, 60°C-on, körülbelül 40-75 fordulat/perccel, körülbelül 15-30 perces időtartamig keverjük egy 20000-40000 cP általános konzisztenciájú paszta nyerésére. Összekeverés után a pasztát 60°C-on tároljuk, amíg a (B) agglomerálási lépés indításra kész nem lesz. Az ezen lépésben alkalmazott alkotórészek a szekunder (2,3) alkil-szulfát felületaktív anyag plusz másodlagos felületaktív anyag, akrilát/maleinsav polimer (molekulatömeg 70000) és polietilén-glikol "PEG" 4000-8000 keveréke.

B lépés - Porok agglomerálása a felületaktív anyag pasztával - Ennek a lépésnek célja az alapanyag készítmény alkotórészeknek közepes, körülbelül 300-600 µm tartományban levő ré-

szecskeméretű, gördülékeny mosószer részecskékké való átalakítása. Ebben a lépésben a porokat (amelyek olyan anyagokat tartalmaznak, mint például zeolit, citrát, citromsav szennylebegtető, etilén-diamin-diszukcinát, magnézium-szulfát és optikai színelénkítőszerek) az Eirich keverőbe tesszük (R-típusú) és rövid ideig (körülbelül 5-10 másodpercig) körülbelül 1500-3000 fordulat/perccel keverjük a különböző száraz porok teljes összekeverésére. Az A lépésben nyert felületaktív anyag pasztát azután betesszük a keverőbe és a keverést körülbelül 1500-3000 fordulat/perccel, körülbelül 1-10 perces, előnyösen 1-3 perces időtartamig folytatjuk szobahőmérsékleten. A keverést akkor állítjuk le, amikor durva (800-1600 μm átlagos részecskeméretű) agglomerátumok képződnek.

C lépés - Ennek a lépésnek célja az agglomerátumok tapadásának csökkentése a nedvesség eltávolításával/ szárításával és a részecskeméretnek a megcélzott részecskeméretre (szitaanalízissel mérve körülbelül 300-600 μm átlagos részecskeméret tartományba) való csökkentésének elősegítésére. Ebben a lépésben a nedves agglomerátumokat egy fluidizált ágyra tesszük körülbelül 41-60°C levegőáram hőmérsékleten és szárítjuk a részecskéknél körülbelül 4-10 % közötti végső nedvességtartalmáig.

D lépés - Agglomerátumok bevonása és gördülékenységi segédanyagok hozzáadása - Ennek a lépésnek tárgya a megcélzott, körülbelül 300-600 μm átlagos részecskeméret tartományban levő részecskeméret elérése, és a részecskéknél összetapadásra/ csomósodásra való hajlamának csökkentésére és elfogadható gördülékenység fenntartásának elősegítésére az agglomerátumokat bevonó

anyagok hozzákeverése. Ebben a lépésben a C lépésből származó száraz agglomerátumokat beletesszük az Eirich keverőbe (R-típusú) és körülbelül 1500-3000 fordulat/perccel keverjük, mialatt 2-6 % Zeolite A-t (közepes részecskeméret 2-5 μm) hozzáadunk. A keverést az igényelt, körülbelül 1200-400 μm közötti közepes részecskeméret eléréséig folytatjuk (jellemzően körülbelül 5-45 másodpercig). Ennél a pontnál körülbelül 0,1-1,5 tömeg% kicsapott szilikagélt (átlagos részecskeméret 1-3 μm) adunk hozzá áramlási segédanyagként és a keverést leállítjuk.

A következőkben az előzőekben közölt módon előállított mosodai mosószer készítményt mutatunk be.

3.példa

Agglomerátum		
Kevert felületaktív anyag/ másodlagos felületaktív anyag	tömeg% a végtermékben	tömeg% az agglomerátumban
14-15 szénatomos alkil-szulfát nátriumsója	5,8	6,8
16 szénatomos szekunder (2,3)-alkil- -szulfát	17,3	20,4
12-13 szénatomos etoxilezett alkohol (EO3)	4,7	5,5
12-14 szénatomos N-metil-glükamid	4,7	5,5
Akrilát/maleát kopolimer	6,2	7,3
Polietilén-glikol (4000)	1,4	1,7
Adalékanyagok		
Alumínium-szilikát	8,8	10,3
Nátrium-citrát	1,9	2,2
Citromsav/SKS-6 ¹	11,5	13,5
Nátrium-karbonát	12,2	14,4

EDDS ²	0,4	0,5
Magnézium-szulfát	0,4	0,5
Optikai színélénkítőszerszer	0,1	0,1
Nedvesség	7,6	8,9
Szilikagél ³	0,4	0,5
Kiegészítés (reagálatlan anyag és nátrium-szulfát)	<u>1,6</u>	<u>1,9</u>
Agglomerátum összesen	85,0	100,0

Száraz keverék

Nátrium-perkarbonát (400-500 µm)	7,8
NOBS ⁴	5,9
Szilikagél/PEG habzásgátló	0,3
Lipolase	0,3
Savinase	0,3

Permet

Illatanyag	<u>0,4</u>
Késztermék összesen	100,0

¹Citromsav és rétegelt szilikát (2,0 arány)

²Etilén-diamin-diszukcinát

³Hidrofób, kicsapott szilikagél (márkanéve SIPERNAT D-11)

⁴Nátrium-nonaolil-oxi-benzolszulfonát

4.példa

A következőket tartalmazó találmány szerinti granulált mosószer.

<u>Alkotórész</u>	<u>tömeg%</u>
Szekunder (2,3)-alkil-szulfát*	10,0
12-14 szénatomos primer alkil-szulfát nátriumsója	5,0
Zeolite A (1-10 µ)	26,0
Nátrium-citrát	5,0
Nátrium-karbonát	20,0

Optikai színélénkítőszert	0,1
Tisztító hatású enzim**	1,0
Nátrium-szulfát	15,0
Víz és egyéb anyagok	Kiegészítés 100-ra
*14-18 szénatomos lánchossz; nátriumsó. Részecskeként primer alkil-szulfáttal kombináltan.	
**1:1 keverék LIPOLASE/ESPERASE.	

5.példa

A például Európában általánosan használt előltöltős mosógépekhez való alkalmazásra különösen megfelelő, kevert felületaktív anyag/másodlagos felületaktív anyaggal rendelkező szemcsés mosodai mosószerek további példái a következők.

Kevert felületaktív anyag/ <u>másodlagos felületaktív anyag</u>	<u>A</u> <u>tömeg%</u>	<u>B</u> <u>tömeg%</u>	<u>C</u> <u>tömeg%</u>
16 szénatomos szekunder (2,3)-alkil-szulfát*	6,92	9,00	7,6
16/18 szénatomos primer alkil-szulfát	2,05	3,00	1,30
12-15 szénatomos alkil-etoxi-(1-3)-szulfát	0,17	0,40	0,10
14-15 szénatomos etoxilát	4,02	5,00	1,30
16-18 szénatomos AE11 alkil-etoxilát (EO11)	1,10	1,40	1,10
16-18 szénatomos AE25 alkil-etoxilát (EO25)	0,85	--	0,66
Dimetil-monoetoxi-12-14 szénatomos alkil- ammónium-klorid	--	--	1,40
<u>Szennylebegtetők</u>			
Citrát	5,20	10,00	5,00
Zeolite 4A	20,50	37,20	17,90
Karbonát (Nátrium)	15,00	5,50	12,10
Amorf szilikát 2,0	3,00	2,00	3,10

SOKALAN CPS ¹	4,00	4,90	3,20
Karboximetilcellulóz	0,31	0,39	0,20
<u>Fehérítők</u>			
Perborát monohidrát	8,77	--	5,80
Perborát tetrahydrát	11,64	--	7,40
CO ₃ /SO ₄ bevonatos perkarbonát	--	12,0	--
TAED ²	5,00	--	3,40
Cink-ftalocianid	20 ppm	--	20 ppm
DEQUEST 2060 (Monsanto)	0,36	0,60	0,38
Magnézium-szulfát	0,40	0,40	0,40
LIPOLASE (100000LU/g)	0,36	0,25	0,15
Savinase (4,0 KNPV)	1,40	1,60	1,40
Cellulase (1000CEVU/g)	0,13	0,13	0,26
Szennyeződést kioldó polimer ³	0,20	0,20	0,15
Anionos optikai színelénkítőszerszer	0,19	--	0,15
Poli(vínil-pirrolidon)	--	0,15	--
Bentonit agyag	--	--	12,50
Polietylénglikol ⁴	--	--	0,30
Glicerín	--	--	0,62
Illatanyag	0,43	0,43	0,43
Szilikon + diszpergálószer (habzásgátló)	0,49	0,60	0,49
Nedvesség, egyéb alkotórészek	---Kiegészítve 100-ra---		

¹Akrilsav/maleinsav kopolimer; molekulatömeg tartomány 70000; nátriumsó.

²Etilén-diamin-tetraacetát.

³Szulfobenzoesav, tereftálsav, propán-1,2-diol, etilénglikol, szulfoizoftálsav per Maldonado, ibid anionos poliészter reakcióterméke.

⁴4000000 molekulatömeg tartomány.

Mialatt az előzőekben közölt példák a szekunder (2,3)-al-

kil-szulfát felületaktív anyagokat és más, főleg anionos, járulékos felületaktív anyagokat alkalmazó találmány szerinti gyakorlatot mutatnak be, az ilyen készítmények adott esetben különböző járulékos kationos felületaktív anyagokat és kationos és nemionos járulékos felületaktív anyagok keverékeit is tartalmazhatják. Alkalmazható kationos anyagok a 10-18 szénatomos alkil-trimetil-ammónium-halogenidek, a 10-18 szénatomos alkil-dimetil-(1-6 szénatomos) hidroxil-alkil-ammónium-halogenidek, 10-18 szénatomos kolin-észterek és hasonlóak. Amennyiben ilyen kationos felületaktív anyagokat alkalmazunk, azok a találmány szerinti készítményeknek jellemzően 1-15 tömeg%-át alkothatják.

S Z A B A D A L M I I G É N Y P O N T O K

1. Egy felületaktív részecske, amely az összes felületaktív anyagnak legalább 80 tömeg%-át alkotja, és az illető felületaktív anyagok:

(a) egy 10-20 szénatomos szekunder (2,3) alkil-szulfát felületaktív anyag; és

(b) legalább 1 tömeg% oldódást elősegítő másodlagos felületaktív anyag keverékét tartalmazzák.

2. Egy 1.igénypont szerinti részecske, amely legalább 40 tömeg% 14-18 szénatomos szekunder (2,3) alkil-szulfát felületaktív anyagot vagy azok keverékeit tartalmazza.

3. Egy akár 1. akár 2.igénypont szerinti, legalább 75 tömeg% szekunder (2,3) alkil-szulfátot tartalmazó részecske.

4. Egy 1-3.igénypontok bármelyike szerinti részecske, azzal jellemezve, hogy a másodlagos felületaktív anyagot egy nemionos felületaktív anyagból, egy alkil-etoxi-szulfátból, egy primer alkil-szulfátból és ezek keverékeiből választjuk ki.

5. Egy 1-4.igénypontok bármelyike szerinti részecske, azzal jellemezve, hogy nem tartalmaz 25 tömeg%-nál többet az etoxilezett alkoholokból, etoxilezett alkil-fenolokból, polihidroxi-zsírsav-amidokból, alkil-poliglükózidokból és zsír-etanol-amidokból álló csoportból kiválasztott felületaktív anyagkeverékből.

6. Egy 1-5.igénypontok bármelyike szerinti részecske, azzal jellemezve, hogy a felületaktív anyagok plusz másodlagos felületaktív anyagok nedvességtartalma az előállítási eljárás alatt 20 tömeg%-nál kevesebb.

7. Egy legalább 35 tömeg% összes felületaktív anyagot tartalmazó agglomerált felületaktív anyagrészecske, amely:

(a) az összes felületaktív anyagra legalább 35 tömeg% 10-20 szénatomos szekunder (2,3) alkil-szulfát felületaktív anyagot;

(b) az összes felületaktív anyagra legalább 20 tömeg% oldódást elősegítő másodlagos felületaktív anyagot;

(c) az agglomerált részecske fennmaradó része hagyományos, poralakú mosószer alkotórészeket és töltőanyagokat tartalmaz.

8. A 7.igénypont szerinti agglomerált részecske, amely legalább 40 tömeg% 14-18 szénatomos szekunder (2,3)-alkil-szulfát felületaktív anyagot tartalmaz.

9. A 7. vagy 8.igénypont szerinti agglomerált részecske, azzal jellemezve, hogy a másodlagos felületaktív anyagot etoxilezett alkoholok, etoxilezett alkil-fenolok, polihidroxizsírsav-amidok, zsír-etanol-amidok és ezek keverékeinek csoportjából választjuk ki.

10. A 7. vagy 8.igénypont szerinti agglomerált részecske, azzal jellemezve, hogy a másodlagos felületaktív anyagot primer alkil-szulfátok, alkil-etoxi-szulfátok és ezek keverékeinek csoportjából választjuk ki.

11. A 7-10.igénypontok bármelyike szerinti agglomerátum, azzal jellemezve, hogy a (c) poralakú alkotórészt zeolit szennylebegtetőkből, rétegelt szilikát szennylebegtetőkből és ezek keverékeiből választjuk ki.

rajzi melléklet
h

A meghatalmazott:

Béliczy László
szabványügyi osztályvezető
az SZSZG Rt. igazgatója
Szabványügyi Osztály
H-1061 Budapest, József u. 113.
Telefon: 24 24 9111, 24 24 323