

Alfa-hidroxikarbonsav-sókat tartalmazó, könnyen préselhető szappanok

A₂

Kivonat

A találmány olyan készítményekre vonatkozik, amelyekhez – ha legalább 3 tömeg% monogliceridet és/vagy szabad zsírsavat tartalmaznak – a kívánatos alfa-zsírsav-sók társíthatók úgy, hogy a jó préselhetőségi tulajdonságaikat megtartják.

A találmány tárgya közelebbről egy zsírtartalmú szappan, amely a következő komponenseket tartalmazza:

- (a) 40-90 tömeg% szappan;
- (b) 2-15 tömeg% alfa-hidroxikarbonsav-só;
- (c) 1-15 tömeg% monoglicerid;
- (d) 0-15 tömeg% szabad zsírsav; és
- (e) 7-25 tömeg% víz;

ahol a (c) és (d) komponensek mennyiségének a készítmény tömegére számítva, önmagában vagy együtt legalább 3 tömeg%-nak kell lennie, és a készítmény préselési sebessége legalább 25 szappan/óra.

U

Bizonyos nedvesítő sók, például laktátok és glutamátok szappanokban való alkalmazása nem új. A GB 1 487 552 számú szabadalmi iratban például olyan faggyú-szappanokat ismertetnek, amelyek 12, 15 vagy 18 tömeg% laktátot tartalmaznak. Az ilyen szappanokkal végzett extrudálási kísérleteink azt mutatták, hogy ez rendkívül nehéz (például a találmány szerinti szappan-készítményeknél tapasztalt legalább 30 szappan/óra sebességű extrudálással szemben 5 szappan/óra extrudálási sebesség). Ez hiányosság nem meglepő, mivel a fenti szabadalmi iratban nem ismertetnek vagy javasolnak monoglicerid és/vagy szabad zsírsav alkalmazást (és azt sem, hogy – a fentiek szerint – közülük legalább az egyikből, a másikkól vagy mindkettőből legalább 3 tömeg% mennyiséget kell társítani). Ennek megfelelően a só monogliceriddel és/vagy szabad zsírsavval való kölcsönhatását és ennek a kölcsönhatásnak a találmány szerinti minőségi szappan előállítására való befolyását sem ismerték fel.

A JP 83004079 számú szabadalmi iratban olyan szappankészítményeket ismertetnek, amelyek tejsavat és laurinsav zsírsav-szappannal alkotott kondenzátumot tartalmaz. A tejsav kondenzációs reakcióban való részvételét ugyan ismertetik, de nem említik a tejsav vagy sóinak késztermékben való jelenlétét. Emiatt nincs értelme a feldolgozási problémák meglétéről vagy nem létéről beszélni. Nincs említés az egyéb komponensek (például monoglicerid és/vagy szabad zsírsav) alkalmazásáról és az ilyen problémákkal való kapcsolatukról sem.

A JP 62199699 számú szabadalmi iratban olyan szappankészítményeket ismertetnek, amelyeket úgy állítanak elő, hogy a nátrium-szappanalaphoz kis mennyiségű tejsavat vagy nátrium-laktátot adnak. Nem említenek olyan adalékanyag (például monogliceridek, mint például glicerín-monolaurát



és/vagy szabad zsírsav) alkalmazást sem, amely a tejsavsók jelenlétével kapcsolatos feldolgozási problémák javítására szolgálna.

A JP 07026299 számú szabadalmi iratban olyan készítményeket ismertetnek, amelyek szappan-szubsztrátumot, 5-50 tömeg% anionos és/vagy amfoter felületaktív anyagot és monozsírsav-észtert tartalmaznak. A találmány szerinti készítmények 10 tömeg%-nál kevesebb, előnyösen kevesebb, mint 5 tömeg%, és még előnyösebben kevesebb, mint 4 tömeg% és még inkább kevesebb, mint 3 tömeg% szintetikus felületaktív anyagot tartalmaznak. Ebben a szabadalmi iratban nem ismertetnek alfa-hidroxikarbonsav-só alkalmazást, és nem ismertetik a só és a monoglicerid közti szinergizmust, ami megakadályozza, hogy a só befolyásolja a feldolgozást.

A JP 0908767 számú szabadalmi iratban olyan szappanalapot ismertetnek, amely legalább egy agyagásványt és a felsorolt jó néhány agyag közül legalább egyet tartalmaz. Nem ismertetik vagy említik a monoglicerid vagy túlzsírosító szer alkalmazását. Felsorolják ugyan a nátrium-laktát mosószerek nedvesítőszereként való alkalmazását, azonban nem ismertetik a monoglicerid és/vagy szabad zsírsav kölcsönhatásának kihasználását.

Munkánk során mi most váratlanul azt tapasztaltuk, hogy az alfa-hidroxikarbonsav-sók (például nátrium-laktát) és a monoglicerid és/vagy szabad zsírsavak között kölcsönhatás van. Ez a kölcsönhatás alfa-hidroxikarbonsavat tartalmazó, minőségi extrudálható szappanok előállítását teszi lehetővé. Ez azt is jelenti, hogy előállíthatók olyan minőségi szappanalapú szappanok, amelyek egy kívánatos nedvesítőszert tartalmaznak.

Még specifikusabban a találmány egyik tárgya egy olyan készítmény, amelynek összetétele a következő:

- (a) 40-80 tömeg% zsírsav-szappan;
- (b) 2-15 tömeg% alfa-hidroxikarbonsav-só (például nátrium-laktát);

- (c) 0-15 tömeg% monoglicerid (például glicerín-monolaurát);
- (d) 0-15 tömeg% szabad zsírsav; és
- (e) 7-25 tömeg% víz.

Különösebb elméleti fejtegetések nélkül feltételezzük, hogy a találmány szerinti készítményekben alkalmazott monoglicerid vagy szabadzsírsav vagy a kettő kombinációja („túlzsírosító anyag”) (amelyek mennyiségének akár önmagában akár kombinációban legalább 3 tömeg%-nak kell lennie) olyan kölcsönhatásba lép az alfa-hidroxikarbonsav-sóval, hogy a só ne rombolja szét a szappanmátrix „minőségi” szappanok extrudálásához szükséges folyékony kristályfázisát.

A találmány második tárgya olyan eljárás alfa-hidroxikarbonsavat tartalmazó préselhető szappanok előállítására, amelyben 40-80 tömeg% zsírsav-szappant, 2-15 tömeg% alfa-hidroxikarbonsav-sót összekeverünk legalább 3 tömeg% monogliceráttal, szabad zsírsavval vagy ezek elegyeivel. Minőségi szappant a megfelelő zsírsavak olvadt állapotban végzett semlegesítésével (például NaOH alkalmazásával) és további adalékanyagok (például glicerín-monolaurát és nátrium-laktát) hozzáadásával; vagy alkálifém-laktát és GML (glicerín-monolaurát) előre elkészített szappanalaphoz való keverésével állíthatunk elő.

A találmány egyik változata olyan zsírsav-szappan készítményekre vonatkozik, amelyek természetes nedvesítőszereket, például alfa-hidroxikarbonsav-sókat (például alkálifém-laktátot) tartalmaznak. Ezek a sók általában megakadályozzák a folyékony kristályfázis képződését, és a szappanokat rendkívül törékennyé (például könnyen széttörhetővé és nagyon nehezen extrudálhatóvá) teszik. Munkánk során mi azonban azt tapasztaltuk, hogy monoglicerid (például glicerín-monolaurát), szabad zsírsav vagy mindkettő hozzáadásával (ezek közül az egyik ugyan jelen lehet a másik nélkül, de

közülük az egyik, a másik vagy mindkettő mennyiségének legalább 3 tömeg%-nak kell lennie) minőségi szappanok extrudálhatók. A „minőségi” kifejezésen azt értjük, hogy a szappan legalább 25 szappan/óra sebességgel extrudálható. Ha kismennyiségű GML-t és/vagy szabad zsírsavat alkalmazunk vagy a szappan nem tartalmazza ezeket a komponenseket, az anyag nem áll össze, porszerű és nem extrudálható.

A találmány második tárgyát képező eljárással préselhető szappanokat állíthatunk elő még akkor is, ha a szappan viszonylag nagy mennyiségű alfa-hidroxikarbonsav-sót tartalmaz. A szappanokat előállíthatjuk semlegesítéssel vagy elszappanosítással. Eljárhatunk például úgy, hogy az adalékanyagokat olvadásig melegítjük (például 80 °C vagy e körüli hőmérsékletre), és az olvadt elegyhez hozzáadjuk (legtöbbször oldatban) az alfa-hidroxikarbonsav-sót. Az olvadt elegy és a só könnyen elegyedik, és így az adagolásnak nincs időkorlátja.

Ha zsírsavat alkalmazunk, ennek hozzáadását többféleképpen végezhetjük. Eljárhatunk például úgy, hogy a zsírsavakat közvetlenül a keverőbe adjuk, és megolvasztjuk, vagy egy másik eljárásban a zsírsav szappanhoz való társításához egy savat (például citromsavat) alkalmazunk a szappanképező zsírsavakkal való reagáltatáshoz. A harmadik eljárásban – ha a szappant zsírsav semlegesítéssel állítjuk elő – a zsírtöltet semlegesítése alatt hozzáadhatjuk a szükséges zsíranyagot. A három eljárás bármilyen kombinációját is alkalmazhatjuk.

Ha egyláncú monogliceridet alkalmazunk, az anyagot beadhatjuk a keverőbe és megolvasztjuk, vagy előre megolvasztjuk, és azután adjuk a keverőbe. Ha az alfa-hidroxikarbonsav-sót oldat formában alkalmazzuk, a monogliceridet összekeverhetjük az oldattal, és azután adjuk a keverőbe. Ha



a szappanalapot elszappanosítással állítjuk elő, a trigliceridek egy részét valamennyi monogliceriddel részlegesen semlegesíthetjük.

A fentiekben ismertetett adagolási sorrend semmilyen formában sem korlátozza a találmányt. Az igen hatékony előállítási eljárásban az adalékanyagokat a szükséges ideig keverjük (például 80 °C-on 15 percig korlátozás nélkül), majd az anyagokat lehűthetjük, őrölhetjük, extrudálhatjuk és utána préselhetjük.

Egy másik változatban az adalékanyagok összekeverését előre elkészített szappan-nudlikkal is végezhetjük úgy, hogy az adalékanyagokat jóval a szappan olvadáspontja alatti hőmérsékleten (például 35-50 °C-on) keverjük össze. Az előre elkészített szappan-nudlikat z-késes keverőbe adhatjuk (vagy valamilyen hasonló típusú olyan keverőbe, amely az anyagok összekeverését megfelelő gyúrással biztosítja), és ezután hozzáadjuk az alfa-hidroxikarbonsav-sót és szükség szerint a zsírsavat és monogliceridet a fentiekben ismertetettek szerint. Amikor az elegyet homogénre kevertük, az anyagokat lehűthetjük, őrölhetjük, extrudálhatjuk, és ezután préselhetjük.

A következőkben a találmányt részletesebben ismertetjük.

A találmány olyan készítményekre vonatkozik, amelyek 40-95 tömeg%, előnyösen 50-80 tömeg% szabad zsírsav-szappant tartalmaznak, és a találmány tárgyát képezi az ilyen préselhető szappanok előállítási eljárása is. A zsírsav-szappan 8-22 szénatomos, telített vagy telítetlen, adott esetben helyettesített karbonsav-szappanokat jelent. Egy másik meghatározással a szappanok olyan természetes vagy szintetikus (alkán vagy alkén) savak alkáli-fém-sói, amelyek 8-22 szénatomot, előnyösen 12-24 szénatomot tartalmaznak.

Egy még további meghatározás szerint a szappanok olyan monokarbonsav-sók, amelyek kationként nátrium-, kálium-, ammónium-,



trialkanol-amin- (például trietanol-amin-) kationt tartalmaznak, és/vagy tartalmazhatják ezek elegyeit is. A faggyúolaj és dióolaj előnyösen aránya (9:1)-(1:9), és a jódszám (a telítetlenség mértéke) nagyobb, mint 60.

Szintetikus felületaktív anyagokat, például anionos, amfoter és nemionos felületaktív anyagokat ugyan előnyösen nem alkalmazunk, azonban meg kell jegyezni, hogy kis mennyiségű, például 0,1-20 tömeg%, előnyösen kevesebb, mint 10 tömeg% és még előnyösebben kevesebb, mint 5 tömeg% ilyen anyagok alkalmazása megengedhető. Az alkalmazás mértéke – ha alkalmazunk – függ a felületaktív anyag típusától, például amfoter felületaktív anyagból kevesebb engedhető meg, mint acil-izetionáttól.

A találmány szerinti készítmények második fontos jellemzője, hogy 2-15 tömeg%, előnyösen 3-12 tömeg% alfa-hidroxikarbonsav-sót (például glikolsav-sót) és még tipikusabban egy alfa-hidroxikarbonsav-sót tartalmaznak. Az alfa-hidroxikarbonsav-só tipikusan tejsav-só. A sóképző kation lehet alkálifém-, például nátrium- vagy kálium-kation. A további mono- és dikarbonsav-, például borkősav-, citromsav- és almasav-sók alkalmazása kevésbé kívánatos, mert ezek nagy mennyiségétől a szappan kivirágzásra hajlamossá válik.

A fentiekben ismertetetteknek megfelelően – különösebb elméleti fejtegetések nélkül – azt mondhatjuk, hogy az erős elektrolit viselkedésű sók szérombolják a szappanmátrix oldhatatlan szappanokat összetartó folyékony kristályfázisát. Ha monogliceridet és/vagy szabad zsírsavat alkalmazunk, a folyékony kristályfázis stabilizálódik, és így lehetővé válik a megfelelő termék extrudálása.

A találmány szerinti készítmények harmadik fontos jellemzője, hogy 0-15 tömeg%, előnyösen 1-10 tömeg%, még előnyösebben 3-8 tömeg% monogliceridet és 0-15 tömeg%, előnyösen 2-10 tömeg%, még előnyösebben 5-9 tömeg% szabad zsírsavat tartalmaznak.



Amint azt a fentiekben ismertettük, a készítményekben alkalmazhatjuk az egyiket a másik nélkül vagy mindkettőt, azonban az alkalmazott mennyiségüknek legalább 3 tömeg%-nak kell lennie, az alkalmazott mennyiség előnyösen összesen 3-15 tömeg%, még előnyösebben 5-12 tömeg%.

Az alkalmazott monoglicerid lehet gliceril-monolaurát vagy glicerín-monosztearát.

A túlzsírosító zsírsavat úgy állíthatjuk elő, hogy a zsírsavat közvetlenül a keverőbe adjuk a szappan előállításához alkalmazott zsírsavak neutralizálása közben; vagy egy szappannal reagáló vegyületet adagolunk, például citromsavat, és így zsírsav és nátrium-citrát képződik.

Végül a készítmények 7-20 tömeg%, előnyösen 9-16 tömeg%, még előnyösebben 10-13 tömeg% vizet kell tartalmaznia.

A találmány szerinti készítményeknek a fentiekben ismertetett szükséges adalékanyagokon kívül adott esetben más ismert adalékanyagot is tartalmazhatnak. Ezek közé tartoznak például a csíraölők, parfümök, színezőanyagok és töltőanyagok (például talkum, kalcit, kaolin).

Az ilyen anyagok keverési eljárása nagyon rugalmas. Az adalékanyagok összekeverésének egyik változatában a meghatározott mennyiségben kimért szappan-nudlikat (amelyeket hagyományos eljárással állítunk elő az adalékanyagok összekeverésével, hűtésével és kikészítésével) körülbelül 40 °C-ra melegítjük, összekeverjük, hozzáadjuk az alfa-hidroxikarbonsav-sót (például nátrium-laktátot), majd a monogliceridet (például glicerín-laurátot). Ezután hozzáadjuk a szilárd vagy olvadék formájú monogliceridet. Ezután a masszát megőröljük, és szappanokká dolgozzuk fel. Ha monoglicerid helyett vagy emellett túlzsírosító anyag alkalmazása kívánatos, a keverőbe dióolajat adhatunk, vagy a szappan egy részével való reagáltatásra hozzáadhatunk citromsavat.



A készítmény előállítására alkalmazott másik eljárásban az egész masszát egyetlen edényben olvadék állapotban állítjuk elő. A zsír/olaj semlegesítése után az alfa-hidroxikarbonsav-sót és monogliceridet adjuk a keverőbe. Ha túlzsírosító anyagot alkalmazunk, a zsír/olaj komponenseket semlegesíthetjük, vagy dióolajat vagy citromsavat adunk a keverőbe.

Ennek megfelelően az adalékanyagokat úgy keverjük össze, hogy lágy, előre előállított szappan-nudlikat kapjunk, vagy az összekeverést a semlegesítést vagy elszappanosítást követően egy őrlőkészülékben végezzük. Az olajok semlegesítése alatt monoglicerideket is táplálhatunk be.

A leírásban az anyagmennyiségek, arányok, reakciókörülmények, az anyagok fizikai tulajdonságai és/vagy használat jellemzésére megadott számértékek a „körülbelül” módosítással együtt értendők, kivéve üzemelés és összehasonlító példák ismertetésénél, vagy ha másképpen specifikáljuk.

A leírásban alkalmazott „tartalmaz” kifejezést arra használjuk, hogy az ismertetett jellemezők, egész számok, lépések, komponensek meglétét jelöljük, de nem zárunk ki előre egy vagy több további tulajdonság, egész szám, lépés, komponens vagy ezek csoportjainak jelenlétét vagy hozzáadását sem.

A következő példákat a találmány részletesebb ismertetésére mutatjuk be a találmány terjedelmének korlátozása nélkül.

A megadott %-os értékeket tömeg%-ban értjük, kivéve, ha másképpen specifikáljuk.

Példák

A következő példákat – amelyekben különböző faggyú/dióolaj arányú szappanokat alkalmaztunk – a találmány részletesebb bemutatására ismertetjük.

Adalékanyag	Összehasonlí- tó példa		Példák									
	1.	2.	3.	4.	5.	6.	7.	8.	9.	10.	11.	
	[tömeg%]											
90:10 tömegarányú faggyú/dióolaj	77,0	—	73,5	--	--	72,0	--	69,5	--	67,0		
40:60 tömegarányú faggyú/dióolaj	--	--	--	69,5	--	--	—	--	--		71,5	
10:90 tömegarányú faggyú/dióolaj	--	77,0	--	--	69,5	--	72,0	--	69,5			
Glicerín-monolaurát	--	--	—	--	--	5,0	5,0	2,5	2,5			
Glicerín-monosztearát										10	5	
Túl-zsírosító anyag*			7,5	7,5	7,5	--	--	5,0	5,0			
Víz	13,0	13,0	9,0	13,0	13,0	13,0	13,0	13,0	13,0	13,0	13,0	
Na-laktát	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	
Kisebb mennyiségű egyéb adalékanyagok	kiegészítés 100 %-ra											

*A túl-zsírosítást vagy a zsírok semlegesítése alatt végezzük vagy a semlegesítés után – a keverési szakaszban – dióolajat vagy citromsavat adunk a zsír-hoz.

A monogliceridek (azaz glicerín-monolaurát) és a túlzsírosító anyagok összekeverésével egy stabil „habarcs” képződik, ami az anyagokat összeköti, és könnyen extrudálhatóvá (például könnyen préselhetővé) teszi. Az ilyen feldolgozási segédanyagok alkalmazása nélkül (1. és 2. példák) törékeny anyag képződik, amit majdnem teljesen lehetetlen öntecsekké préselni.

Konkréten az 1. és 2. példák szerinti készítmények (amelyek nem tartalmaznak monogliceridet és nincsenek túl-zsírosítva) semmilyen körülmények között nem formálhatók öntecsekké.

Ezzel ellentétben a 3-9. példák szerinti készítmények (amelyek monogliceridet és/vagy túlzsírosító anyagot tartalmaznak) mindegyike átvihető egy kétlépcsős, egycsigás extruderen, öntecsekké formálható, és szappanokká préselhető. A fenti táblázatból látható, hogy számos faggyú/dióolaj szappant vizsgáltunk a túl-zsírosítás, monoglicerid társítás, valamint a kettő kombinációja hatásának értékelésére.

A 3-9. példák szerinti készítmények kielégítik a találmány célkitűzését, ezek mindegyike ugyanolyan körülmények között extrudálható, mint az 1. és 2. szerinti készítmények, és az extrudálás sebessége legalább 25 szappan/óra.

A 10-11. példák szerinti készítmények azt mutatják, hogy a monoglicerid mennyiségét a találmány szerinti készítményekben nem szándékozunk korlátozni.

Ezekben a példákban ugyan nem foglalkozunk a nem szappan felület-aktív anyagokkal, töltőanyagokkal, illatanyagokkal vagy az egyéb ismert anyagokkal, de ezek alkalmazása is a találmány tárgyköréhez tartozik.

Szabadalmi igénypontok

1. Zsírtartalmú szappan, amely a következő komponenseket tartalmazza:

- (a) 40-90 tömeg% szappan;
- (b) 2-15 tömeg% alfa-hidroxikarbonsav-só;
- (c) 1-15 tömeg% monoglicerid;
- (d) 0-15 tömeg% szabad zsírsav; és
- (e) 7-25 tömeg% víz;

ahol a (c) és (d) komponensek mennyiségének a készítmény tömegére számítva, önmagában vagy együtt legalább 3 tömeg%-nak kell lennie, és a készítmény préselési sebessége legalább 25 szappan/óra.

2. Az 1. igénypont szerinti készítmény, amelyben az alfa-hidroxikarbonsav-só egy alkálifém-laktát.

3. Az 1. vagy 2. igénypont szerinti készítmény, amely 3-9 tömeg% monogliceridet tartalmaz.

4. A fenti igénypontok bármelyike szerinti készítmény, amelyben a monoglicerid egy glicerín-monolaurát.

5. A fenti igénypontok bármelyike szerinti készítmény, amelyben a monoglicerid egy glicerín-monsztearát.

A meghatalmazott:

Török
DANUBIA
Szabadalmi és Védjegy Iroda Kft.
dr. Török Ferenc
szabadalmi ügyvivő

rajzi melléklet
NT

EREDETI

Szabadalmi igénypontok

1. Szappan, amely a következő komponenseket tartalmazza:

- (a) 40-90 tömeg% szappan;
- (b) 2-15 tömeg% alfa-hidroxikarbonsav-só;
- (c) 0-15 tömeg% monoglicerid;
- (d) 0-15 tömeg% szabad zsírsav; és
- (e) 7-25 tömeg% víz;

ahol a (c) és (d) komponensek mennyiségének a készítmény tömegére számítva, önmagában vagy együtt legalább 3 tömeg%-nak kell lennie.

2. Az 1. igénypont szerinti készítmény, amelyben az alfa-hidroxikarbonsav-só egy alkálifém-laktát.

3. Az 1. vagy 2. igénypont szerinti készítmény, amely 3-8 tömeg% monogliceridet tartalmaz.

4. A fenti igénypontok bármelyike szerinti készítmény, amelyben a monoglicerid egy glicerín-monolaurát.

5. A fenti igénypontok bármelyike szerinti készítmény, amelyben a monoglicerid egy glicerín-monsztearát.

6. A fenti igénypontok bármelyike szerinti szappankészítmény, amelynek préselési sebessége legalább 25 szappan/óra.