



⑫ A Terinzagelegging ⑪ 8503483

Nederland

⑲ NL

- 
- ⑤4 Geconcentreerde, homogene, van een 'buijder' voorziene, vloeibare  
detergens-compositie.
- ⑤1 Int.Cl<sup>4</sup>.: C11D 1/94.
- ⑦1 Aaivvrager: Colgate-Palmolive Company te New York, New York, Ver. St. v. Am.
- ⑦4 Gem.: Ir. Th.A.H.J. Smulders c.s.  
Vereenigde Octrooibureaux  
Nieuwe Parklaan 107  
2587 BP 's-Gravenhage.

- 
- ②1 Aanvraag Nr. 8503483.
- ②2 Ingediend 18 december 1985.
- ③2 Voorrang vanaf 18 december 1984.
- ③3 Land van voorrang: Ver. St. v. Am. (US).
- ③1 Nummer van de voorrangsaanvraag: 682972 .
- ⑥2 - -

- 
- ④3 Ter inzage gelegd 16 juli 1986.

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

---

Geconcentreerde, homogene, van een "builder" voorziene, vloeibare detergens-compositie.

Deze uitvinding heeft betrekking op geconcentreerde, waterhoudende, van een "builder" voorziene, vloeibare detergens-composities, die geschikt zijn voor was- of inweek-formuleringen. Meer in het bijzonder heeft zij betrekking op waterhoudende, van een "builder" voorziene vloeibare detergens-composities, die sterk geconcentreerd zijn  
5 aan oppervlakactieve verbinding en "builder" en die verschaft worden als homogene, heldere, uit één fase bestaande vloeibare oplossingen.

De formulering van geconcentreerde, van een builder voorziene, waterhoudende vloeibare detergens-composities is de laatste jaren in  
10 het wasmiddelengebied een handels-oogmerk geweest. In het algemeen is het noodzakelijk, dat dergelijke composities bij lage produktconcentratie in het bad een goede detergentie verschaffen, water als het belangrijkste oplosmiddel bevatten en in de vorm van homogene, uit één fase bestaande oplossingen verkeren, die zonder fasenscheiding te onder-  
15 gaan een lange houdbaarheidsperiode verschaffen. Gebruikelijke vloeibare detergens-composities, die een detergentie-builder bevatten, zijn in het algemeen niet sterk geconcentreerd. Dat wil zeggen, dat zij geformuleerd worden als betrekkelijk verdunde waterhoudende oplossingen, zodat zij de builder en de oppervlakactieve verbinding in de vloeibare  
20 compositie solubiliseren. Om de gewenste detergentie te verschaffen zijn in het bad betrekkelijk hoge concentraties van een dergelijk produkt nodig.

De term "geconcentreerd", zoals deze hierin wordt gebruikt, heeft betrekking op vloeibare detergens-composities, die een effectieve  
25 detergentie kunnen verschaffen bij een produktconcentratie, die equivalent is aan ongeveer "1/4 beker" onder U.S.-wascondities, namelijk ongeveer 60 ml van de detergens-compositie per standaard waslading (ongeveer 17 U.S. gallon (= 64,3 liter) voor een wasmachine met bovenlading), hetgeen overeenkomt met een concentratie van ongeveer 0,1%  
30 vloeibare detergens-compositie in het wasbad. Om bij een dergelijke lage produktconcentratie een commercieel aanvaardbaar detergentieniveau te bereiken, is het noodzakelijk, dat een groot gedeelte van de detergens-compositie uit actieve ingrediënten bestaat, met name oppervlakactieve

verbinding en builder. De hierin gebruikte term "geconcentreerde vloeibare detergens" wordt bijgevolg gedefinieerd als een detergens-compositie, die niet meer dan ongeveer 65 gew.% water bevat.

5 Uit praktische overwegingen is het belangrijk, dat in een dergelijke geconcentreerde, vloeibare detergens-compositie water als het belangrijkste, zo niet het enige, oplosmiddel wordt toegepast, waarmee de toepassing van dure oplosmiddelen, zoals glycolen, wordt vermeden. Bijgevolg bevatten de hierin beschreven vloeibare detergens-composities tenminste ongeveer 35 gew.% van de vloeibare compositie aan water, waar-  
10 bij een watergehalte van ongeveer 45% tot 60% gewoonlijk de voorkeur verdient.

Van "builder" voorziene vloeibare detergens-composities zijn uit de stand van de techniek bekend. Vanwege de beperkte oplosbaarheid van builder en oppervlakactieve verbinding in water, worden dergelijke deter-  
15 gens-composities echter in het algemeen bereid als betrekkelijk verdunde waterhoudende composities, die voor het grootste gedeelte meer dan 65 gew.% en veelal zelfs 93 gew.% water bevatten. Om de oplosbaarheid van de builder-bevattende detergens-compositie te verhogen wordt vaak een alkyleenglycol als mede-oplosmiddel toegepast. In dergelijke water-  
20 houdende composities, die minder dan 65 gew.% water bevatten, wordt het gehalte aan builder in het algemeen laag gehouden, dat wil zeggen niet groter dan ongeveer 10 gew.%, zodat de oplosbaarheid van de builder-bevattende detergens in water wordt verhoogd. Om bij toepassing onder  
25 standaard-U.S.-wascondities een aanvaardbare detergentie te verschaffen, worden dergelijke bekende vloeibare composities gewoonlijk toegepast bij produkt-concentraties, die aanzienlijk hoger zijn dan de "1/4 beker"-concentratie (ongeveer 0,1 gew.%), waarbij de vloeibare detergens-composities volgens de onderhavige uitvinding effectief zijn. Bovendien  
30 verkeren de gebruikelijke detergens-composities in het algemeen in de vorm van emulsies of suspensies, eerder dan dat zij heldere homogene oplossingen vormen, die stabiel zijn ten opzichte van fasenscheiding.

De detergens-composities, die in de U.S.-octrooischriften 3.912.662 en 4.021.377 zijn beschreven, zijn illustratief voor de stand van de techniek. In het U.S.-octrooischrift 3.912.662 is een waterhoudende detergens-compositie beschreven, die een niet-ionogeen detergens en  
35 een detergens op basis van betaïne, alsmede een polyfosfaat-builder bevat.

8505485

In voorbeeld 1 is een compositie beschreven, die 66% water en 12% alkylglycol als het oplosmiddel bevat. In het U.S.-octrooischrift 4.021.377 is een fosfaat-vrije, vloeibare detergens-compositie beschreven, die citraat-builder en oppervlakactieve verbinding in een uit  
5 water en glycol bestaand oplosmiddel bevat. De hoeveelheid water in elk van de in tabel<sup>1</sup> van het octrooischrift beschreven zeven composities is minder dan 26 gew.%, waarbij het grootste gedeelte van het oplosmiddel gevormd wordt door een alkylglycol. Bijgevolg blijft het vermogen om  
10 een voordelige vloeibare detergens-compositie te verschaffen, waarbij water als het voornaamste oplosmiddel wordt gebruikt en welke compositie toch in de vorm van een geconcentreerde, heldere, uit één fase bestaande oplossing verkeert, een probleem, dat bij het formuleren van een commercieel aanvaardbare, van een "builder" voorziene, geconcentreerde, vloeibare detergens-compositie nog altijd moet worden overwonnen.

15 De onderhavige uitvinding verschaft een geconcentreerde, waterhoudende, uit één fase bestaande homogene, van een builder voorziene vloeibare detergens-compositie, welke bevat:

- (a) ongeveer 15 tot 18 gew.% van een in water oplosbaar detergens-builder-zout, dat geen fosfaat is;
- 20 (b) ongeveer 15 tot 23 gew.% van een oppervlakactieve niet-ionogene detergensverbinding, die het condensatieproduct is van 5 tot 9 molen ethyleenoxyde met een mol van een alifatische alcohol, die 12 tot 15 koolstofatomen bevat;
- (c) ongeveer 1 tot 6 gew.% van ten minste een amfotere  
25 detergens-verbinding, die gekozen is uit de groep van
  - (i) betaïne-detergensverbindingen, die beantwoorden aan de structuur met de formule 1; en
  - (ii) alkyl-amido-betaïne-detergensverbindingen, die beantwoorden aan de structuur met de formule 2,  
30 in welke formules  $R^1$  een alkyl of een mengsel van alkylen met 9 tot 13 koolstofatomen voorstelt,  $R^2$  en  $R^3$  onafhankelijk van elkaar methyl of ethyl vertegenwoordigen, en  $R^4$  en  $R^5$  onafhankelijk van elkaar methyleen-, ethyleen- of propyleen-resten voorstellen;
- 35 (d) ongeveer 5 tot 8 gew.% van een solubiliseringsmiddel,

dat in hoofdzaak bestaat uit een alkalimetaalzout van octyl-fosfonaat; en

(e) ongeveer 35 tot 65 gew.% water.

Volgens de werkwijze van de uitvinding wordt het wassen van  
5 bevlekte en/of vuile stoffen beïnvloed door het in aanraking brengen van dergelijke stoffen met een waterhoudende oplossing van de boven omschreven vloeibare detergens-compositie.

Anders dan de builder bevattende vloeibare detergens-composities, die uit de stand van de techniek bekend zijn, bevatten de composities  
10 volgens de onderhavige uitvinding een hoge concentratie aan builder en oppervlakactieve verbinding, terwijl zij op karakteristieke wijze heldere, uit één fase bestaande, homogene oplossingen zijn, die bij langdurige opslag en binnen een ruim temperatuurgebied fysisch stabiel zijn. De bijzondere combinaties van niet-ionogene detergentia en detergentia  
15 op basis van betaïne met builder-zout, dat geen fosfaat is, en solobileringsmiddel volgens de uitvinding vormen onverwacht heldere, uit één fase bestaande waterhoudende oplossingen, die een hoge concentratie van zowel oppervlakactieve verbinding als builder bevatten. Uit een commercieel oogpunt zijn de onderhavige composities bijzonder voordelig:  
20 zij kunnen in zoverre betrekkelijk voordelig worden geformuleerd, dat daarbij water als het belangrijkste oplosmiddel wordt gebruikt en de toepassing van dure mede-oplosmiddelen, zoals alkyleen-glycolen in andere dan kleine hoeveelheden wordt vermeden; zij verschaffen een effectieve detergentie bij lage produkt-concentraties in het wasbad, met name  
25 bij de zogenaamde 1/4 beker-concentratie, een onder U.S.-wascondities gewenste lage concentratie; en het zijn homogene oplossingen, waarmee problemen van het niet-uniform zijn en fasenscheiding, die aan de opslag en toepassing van emulsies en dispersies verbonden zijn, worden vermeden.

30 De niet-ionogene detergensverbinding in de beschreven vloeibare detergens-composities kan ongeveer 15 tot 23 gew.% en bij voorkeur 17 tot 19 gew.% van de detergenscompositie uitmaken, terwijl de amfotere detergensverbinding in het algemeen varieert van ongeveer 1 tot 6 gew.%,

bij voorkeur 2 tot 4 gew.% van dergelijke composities. De relatieve hoeveelheden van elk van de eerdergenoemde detergentia wordt in het algemeen bepaald door de gebruikte hoeveelheid builder-zout. Hoe hoger de builder-concentraties binnen het gebied van 15 tot 18% zijn, des te lager  
5 de maximum concentratie van de niet-ionogene detergens, die in de compositie kan worden gebruikt en nog steeds een stabiele, uit één fase bestaande oplossing vormt. Omgekeerd wordt bij hogere concentraties aan builder-zout de concentratie aan amfoteer detergens en solubiliseringsmiddel bij voorkeur verhoogd binnen de concentratiegebieden, die hier-  
10 boven vermeld zijn, zodat het mengsel gesolubiliseerd wordt en een heldere, uit één fase bestaande oplossing met de vereiste detergentie vormt. Zo bedraagt bijvoorbeeld bij een builder-concentratie van ongeveer 17% of hoger, de voorkeursconcentratie aan niet-ionogene oppervlakactieve  
15 detergens ongeveer 2 tot 4% en liefst ten minste 3% is en de concentratie aan solubiliseringsmiddel ongeveer 7 tot 8% bedraagt, waarbij alle percentages gewichtspercentages van de totale compositie zijn.

Het synthetische, niet-ionogene detergens, dat in de praktijk van de uitvinding wordt gebruikt, is specifiek ten opzichte van die  
20 verbindingen, welke condensatieprodukten zijn van 5 tot 9 molen ethyleenoxyde met een alifatische alcohol, die 12 tot 15 koolstofatomen bevat. De alifatische alcohol is bij voorkeur een alcohol met rechte keten en in het bijzonder een vet-alcohol, die of een mengsel van vetalcoholen, dat een gemiddelde van 12 tot 13 koolstofatomen per mol bezit. Het aantal  
25 ethyleenoxyde-groepen per mol alcohol komt bij voorkeur overeen met een gemiddelde van ongeveer 6,5 of 7, waarbij Neodol<sup>®</sup> 23-6,5 en Neodol<sup>®</sup> 25-7, welke produkten beide gemaakt worden door Shell Chemical Company, Inc., voor toepassing hierin bijzondere voorkeur verdienen.

De amfotere detergens-verbindingen, die in de composities volgens de uitvinding zeer bruikbaar zijn, zijn de betaïne- en alkyl-amido-betaïne-detergensverbindingen met de volgende structuren:

- (i) betaïne met de formule 1; en
- (ii) alkyl-amido-betaïne met de formule 2,  
waarin in elk van genoemde structuren R<sup>1</sup> voorstelt een alkyl-  
35 keten of een mengsel van alkylen met 9 tot 13 koolstofatomen;

$R^2$  en  $R^3$  onafhankelijk van elkaar methyl of ethyl voorstellen; en  $R^4$  en  $R^5$  onafhankelijk van elkaar methyleen-, ethyleen- of propyleen-resten vertegenwoordigen.

Wanneer  $R^1$  een mengsel is van alkylen met variërende ketenleng-  
5 ten, verdient het de voorkeur, dat een dergelijk mengsel overwegend alkylen met 9 tot 13 koolstofatomen bevat, ofschoon het voldoende is, hoewel met minder voorkeur, indien slechts de overwegende alkylgroep in het mengsel 9 tot 13 koolstofatomen bevat en de overige alkylketens buiten een zodanig gebied liggen.  $R^1$  wordt bij voorkeur afgeleid van  
10 kokosnootolie.

De symbolen  $R^2$ ,  $R^3$  en  $R^4$  zijn bij voorkeur methylgroepen, terwijl  $R^5$  bij voorkeur een propyleenrest is. Bijgevolg zijn betaïnen, die voor toepassing hierin bij voorkeur worden gebruikt, kokos-dimethylammonium-acetaat (kokos-betaïne) en kokos-amidopropyl-dimethylammonium-  
15 acetaat (kokosamido-betaïne).

Een anionactief detergens kan eventueel in kleine hoeveelheden worden gebruikt om de niet-ionogene en amfotere detergens-verbindingen in de onderhavige vloeibare detergens-composities aan te vullen. In het algemeen ligt de hoeveelheid anionactief detergens beneden ongeveer  
20 3 gew.% van de totale compositie, vanwege de beperkte oplosbaarheid van dergelijke detergentia in de van een builder voorziene vloeibare detergens-compositie. Alkylbenzeensulfonaat-zouten, waarin de alkylgroep 10 tot 18 koolstofatomen bevat, hebben een bijzonder beperkte oplosbaarheid in de onderhavige composities, en daarom verdient het de voorkeur,  
25 dat de onderhavige composities in hoofdzaak vrij zijn van dergelijke verbindingen, teneinde de mogelijkheid van produktafscheiding te vermijden.

De hierin bij voorkeur toegepaste anionactieve detergentia zijn gesulfateerde, geëthoxylerde, hoge vetalcoholen met de formule  
30  $RO(C_2H_4O)_mSO_3M$ , waarin R een vetalkyl met 10 tot 18 of 20 koolstofatomen voorstelt, m gelijk is aan 2 tot 6 of 8 (bij voorkeur met een waarde van ongeveer 1/5 tot 1/2 maal het aantal koolstofatomen in R) en M een solubiliserend zoutvormend kation is, zoals een alkalimetaal, ammonium, laag alkyl-amino of laag-alkanolamino. Een bij voorkeur toegepaste  
35 detergens op basis van gepolyethoxylerd alcoholsulfaat is verkrijgbaar bij Shell Chemical Company en wordt op de markt gebracht als Neodol 25-3S.

8503403

In de geconcentreerde vloeibare detergens-composities is water het belangrijkste oplosmiddel. De concentratie aan water kan variëren van ongeveer 35 tot 65 gew.%, waarbij een concentratie in het gebied van 45 tot 60 gew.% in het algemeen de voorkeur verdient. Een mede-oplos-  
5 middel, zoals een alkyleenglycol, bijvoorbeeld ethyleenglycol of propyleenglycol, kan eventueel in kleine hoeveelheden worden gebruikt met het doel de oplosbaarheid van de oppervlakactieve verbinding en de builder in oplossing te verhogen. De concentratie aan alkyleenglycol in de detergens-compositie behoort, indien aanwezig, beneden ongeveer 10 gew.%  
10 te liggen, berekend op de totale compositie, bij voorkeur beneden ongeveer 5 gew.%, terwijl de meeste voorkeur uitgaat naar een compositie, die in hoofdzaak vrij is van een dergelijk alkyleenglycol.

Een alkalimetaal-zout van octylfosfonaat wordt in de detergens-compositie opgenomen vanwege zijn solubiliserend werkende eigenschappen  
15 met betrekking tot niet-ionogene oppervlakactieve verbindingen en builder-zouten. Een dergelijk solubiliserend werkend middel wordt toegepast in een hoeveelheid van 5 tot 8 gew.% van de totale compositie, waarbij een concentraat van ten minste 7 gew.% de voorkeur verdient wanneer de builder-zout-concentratie ongeveer 17 gew.% of hoger is.

20 Octyl-fosfonaat wordt voorgesteld door de formule 3, waarin  $C_8$  een alifatische keten, bij voorkeur een alkylgroep, met acht koolstofatomen voorstelt.

De niet uit fosfaat bestaande detergens-builder-zouten worden in de onderhavige composities gebruikt in hoeveelheden van in het algemeen  
25 ongeveer 15 tot 18 gew.%. Specifieke voorbeelden van niet uit fosfaat bestaande, in water oplosbare anorganische builders zijn onder meer in water oplosbare anorganische carbonaat-, waterstofcarbonaat- en silicaat-zouten. De alkali- (bijvoorbeeld natrium- en kalium-) carbonaten, waterstofcarbonaten en silicaten zijn hierin bijzonder bruikbaar.

30 In water oplosbare organische builders zijn ook bruikbaar en omvatten de alkalimetaal-, ammonium- en gesubstitueerd-ammonium-polyacetaten, -carboxylaten, -polycarboxylaten en -polyhydroxysulfonaten.



Specifieke voorbeelden van polyacetaat- en polycarboxylaats-builders zijn onder meer natrium-, kalium-, lithium-, ammonium- en gesubstitueerd-ammonium-zouten van ethyleen-diamine-tetra-azijnzuur, nitrilo-triazijnzuur, benzeen-poly (d.w.z. penta- en tetra-) carbonzuren, carboxymethoxy-barnsteenzuur en citroenzuur. De hierin gebruikte term "builder" omvat geen oppervlakactieve verbindingen en zepen, zoals de in water oplosbare zouten van hoge vetzuren met ongeveer 8 tot 20 koolstofatomen.

De optische fluorescerende heldermakers en witmiddelen, die in de vloeibare detergens-composities worden gebruikt, zijn belangrijke bestanddelen van nieuwe detergens-composities, die aan gewassen wasgoed en stoffen een helder uiterlijk geven, zodat de was niet alleen schoon is, doch er ook schoon uitziet. Ofschoon het mogelijk is een enkel witmiddel voor een specifiek beoogd doel in de onderhavige vloeibare detergens-composities te gebruiken, is het in het algemeen wenselijk mengsels van witmiddelen te gebruiken, die goede heldermakende effecten hebben op katoen, nylonsoorten, polyesters en mengsels van dergelijke stoffen en die ook ten opzichte van bleekmiddelen stabiel zijn. Een goede beschrijving van dergelijke typen van optische witmiddelen wordt gegeven in het artikel "The Requirements of Present day Detergent Fluorescent Whitening Agents" door A.E. Siegrist, J. Am. Oil Chemists Soc., januari 1978 (Vol. 55). Dat artikel, alsmede het U.S.-octrooischrift 3.812.041 bevatten gedetailleerde beschrijvingen van een ruime verscheidenheid van geschikte optische witmiddelen.

Tot de witmiddelen, die in de onderhavige vloeibare detergens-composities kunnen worden gebruikt, behoren: Calcofluor 5 BM (American Cyanamid); Tinopal LPW (Ciba); SOF A-2001 (Ciba); CDW (Hilton-Davis); Phorwite RKH, Phorwite BBH en Phorwite BHC (Verona); CSL, poeder, zuur (American Cyanamid); FB 766 (Verona); Blancophor PD (GAF); UNPA (Geigy); Tinopal RBS 200 (Geigy).

In de vloeibare detergens-composities kunnen hulpstoffen aanwezig zijn om extra eigenschappen, hetzij functionele of esthetische, te verschaffen. Tot de geschikte hulpmiddelen behoren onder meer vuil-suspenderende middelen of anti-redopositie-middelen, zoals polyvinylalcohol, natrium-carboxymethyl-cellulose, hydroxypropylmethyl-cellulose; verdikkingsmiddelen, bijvoorbeeld gommen, alginaten, agar agar; schuimverbeterende middelen, bijvoorbeeld laurine-myristine-diëthanolamide;

8505403

schuim-vernietigende middelen, bijvoorbeeld siliconen; bactericiden, bijvoorbeeld tribroomsalicylanilide, hexachlorofeen; kleurstoffen; pigmenten (die in water dispergeerbaar zijn); conserveringsmiddelen; ultraviolet-absorberende middelen; weefselverzachters; enzymen; troebelingsmiddelen, bijvoorbeeld polystyreen-suspensies; en reukstoffen. Natuurlijk worden dergelijke stoffen gekozen op basis van de in het eindproduct gewenste eigenschappen, hun verenigbaarheid met de andere bestanddelen en hun oplosbaarheid in de vloeibare compositie.

De onderhavige vloeibare composities zijn efficiënt en kunnen gemakkelijk worden gebruikt. Vergeleken met de detergenspoeders voor zwaar waswerk, worden veel kleinere volumina van de onderhavige vloeistoffen gebruikt om vergelijkbare reiniging van vuil wasgoed te verkrijgen. Bij toepassing bijvoorbeeld van een typische voorkeursformulering volgens deze uitvinding, is slechts ongeveer 71 gram of 1/4 beker vloeistof nodig voor een volle tobbe wasgoed in een automatische wasmachine met bovenlading, waarin het watervolume ongeveer 17 gallon (ongeveer 64 liter) bedraagt; en bij machines met vóórlading is zelfs minder nodig. De concentratie van de vloeibare detergens-compositie in het waswater is derhalve van de orde van grootte van ongeveer 0,1%. Gewoonlijk bedraagt de hoeveelheid van de vloeibare compositie in de was-oplossing ongeveer 0,05 tot 0,3%, bij voorkeur 0,10 tot 0,20%. De verhoudingen van de verscheidene bestanddelen van de vloeibare compositie kunnen dienovereenkomstig variëren. Gelijkwaardige resultaten kunnen worden verkregen door toepassing van grotere verhoudingen van een sterker verdunde formulering, doch de benodigde grotere hoeveelheid vereist extra verpakking en zal in het algemeen minder gemakkelijk zijn voor het gebruik door de consument.

#### VOORBEELD I

Een geconcentreerde, builderbevattende vloeibare detergenscompositie volgens de uitvinding werd op de hieronder aangegeven wijze geformuleerd. De vermelde percentages hebben betrekking op de voor 100% actieve component.

	<u>COMPONENT</u>	<u>GEWICHTSPERCENTAGE</u>
	Natriumcitraat --	17,2
	Geëthoxylerde C <sub>12</sub> -C <sub>13</sub> - alcohol (6,5 molen EO/mol alcohol)	17,6
5	Kokos-amido-betaïne <sup>(1)</sup>	3,1
	Octyl-fosfonaat <sup>(2)</sup>	7,0
	Witmiddel en kleurstof	0,2
	Water	rest
10	(1) Geleverd als "Varion CADG", een oplossing in water van kokos-amido-betaïne, die in de handel gebracht wordt door Sherex Chemical Company.	
15	(2) Het fosfonaat wordt geleverd als "Hoe S-2413", in de handel gebracht door American Hoechst Company, dat vervolgens in reactie gebracht wordt met kaliumhydroxyde onder vorming van het kaliumzout.	

De bovenbeschreven vloeibare compositie was een helder, blauwgekleurd, uit één fase bestaand homogeen vloeibaar detergens met een viscositeit van ongeveer 80 mPa.s bij 23,9°C, welk detergens op bevredigende wijze kon worden uitgegoten uit een van kunststof vervaardigde  
 20 detergens-fles met een uitlaatopening van ongeveer 2,5 cm. Het vloeibare detergens werd gebruikt om een gemengde lading vuil wasgoed met inbegrip van katoenen monsters en monsters van polyester/katoen, die vuil gemaakt waren met uit afzonderlijke kleine deeltjes bestaand vuil en met sebum-vuil, te wassen. De wastemperatuur was 48,9°C en de concen-  
 25 tratie van het vloeibare detergens in het wasbad bedroeg ongeveer 0,1 gew.%. Na het wassen werden de gewassen artikelen gespoeld in leidingwater en vervolgens gedroogd. De mate van vlekverwijdering werd gemeten door vóór en na het wassen onder toepassing van een Gardner XL-20-colorimeter de reflectantie voor elk vuil gemaakt proefmonster af te lezen.

30 De bovenbeschreven wasverrichting werd herhaald met een controle-detergens, een in de handel verkrijgbare, waterhoudende, van een builder voorziene vloeibare detergenscompositie, die 19% dodecylbenzeen-sulfonaat, 10% natriumcitraat, 7% oppervlakactieve verbinding op basis van geëthoxylerde alcohol en 5% natrium-tolueen-sulfonaat-hydrotroop bevatte en  
 35 in het bad toegepast werd met een "1/2-beker"-concentratie van ongeveer

0,2 gew.%. De detergentie van beide composities werd vergeleken op basis van de gemeten vlekverwijdering, die tijdens het wassen werd bereikt. De detergentie van het vloeibare detergens volgens de uitvinding bij een "1/4-beker"-concentratie bleek hetzij gelijk te zijn aan, hetzij 5 beter te zijn dan die, welke bereikt werd met het ter controle toegepaste vloeibare detergens met een "1/2-beker"-concentratie met betrekking tot gewassen bevuilde en bevlekte weefsels.

VOORBEELD II

Het effect van het opnemen van een detergens op basis van betaïne, niet volgens de uitvinding, in een builderbevattende, vloeibare 10 detergens-compositie, die een niet-ionogene oppervlakactieve verbinding bevatte en een hoge concentratie aan builder bezat, werd gedemonstreerd door het bereiden van twee vloeibare composities als beschreven in voorbeeld I, met dit verschil, dat het kokos-amido-betaïne in de compositie 15 van voorbeeld I in één compositie werd vervangen door stearyl-betaïne en in de tweede compositie door palmytyl-betaïne. De beide resulterende composities waren instabiel en vormden afzonderlijke fasen, in tegenstelling tot de stabiele, heldere oplossing, die de compositie volgens voorbeeld I kenmerkte.

20 VOORBEELD III

Detergentie-proeven werden uitgevoerd met composities A en B, die geformuleerd waren als hieronder is aangegeven. De getallen in de tabel stellen de gewichtspercentages van elke component in de vloeibare compositie voor.

25	<u>COMPONENT</u>	<u>A</u>	<u>B</u>
	Natriumcitraat	17,2	17,2
	Geëthoxylerde C <sub>12</sub> -C <sub>13</sub> -alcohol (6,5 molen EO/mol alcohol)	17,6	22,0
	Kokos-amido-betaïne	3,1	--
30	Octyl-fosfonaat	7,0	14,0
	Water	rest	rest

De composities A en B waren heldere, uit één fase bestaande oplossingen. Compositie A is een compositie volgens de uitvinding, die eerder in voorbeeld I is beschreven. Compositie B vertegenwoordigt de formulering, die de beste prestatie levert vanuit het detergentie-  
5 standpunt, gemeten bij een concentratie van 0,1% in het bad, vanuit composities, die dezelfde componenten van compositie A bevatten, behalve dat een detergens op basis van betaïne was weggelaten en welke composities een heldere, uit één fase bestaande oplossing vormden. Compositie B is niet volgens de uitvinding.

10 De detergentie van composities A en B werd bepaald in een Tergotometer-vat, vervaardigd door U.S. Testing Company, met de volgende test-weefsels onder de vermelde condities:

TEST-WEEFSELS

- TFN - test-weefselvuil op Nylon
- 15 PCC - Piscataway-klei op katoen
- TFC - test-weefselvuil op katoen
- PCDC - Piscataway-klei op Dacron/katoen
- EMPA - EMPA 101 op zware katoen

WAS-CONDITIES

- |  |  |
|--|--|
| 20 Concentratie van de vloeibare detergens | 0,10%                                    |
| Watertemperatuur                           | 48,9°C                                   |
| Water-hardheid                             | ongeveer 150 ppm<br>als calciumcarbonaat |

Aan het einde van de was werden de test-monsters gespoeld in  
25 leidingwater en vervolgens gedroogd. Vóór en na het wassen werd voor elk test-monster een reflectantie afgelezen onder toepassing van een Gardner XL-20 colorimeter. De waarden voor de verandering van de reflectantie ( $\Delta R_d$ ) zijn in tabel A voor elk van de eerder genoemde testweefsels vermeld. Een verschil tussen twee waarden van  $\Delta R_d$ , dat groter  
30 is dan 0,8, wordt als significant beschouwd voor alle gewassen testweefsels, behalve voor metingen aan EMPA en PCDC waarbij slechts  $\Delta R_d$ -waarden van meer dan 1,3 als significant worden beschouwd.

TABEL A  
ΔRd-waarden voor weefsels, gewassen met  
composities A en B

	<u>COMPOSITIES</u>	<u>TFN</u>	<u>PCC</u>	<u>EMPA</u>	<u>TFC</u>	<u>PCDC</u>
5	A	38	25	18	8	32
	B	35	24	17	8	33

In tabel A wordt de onverwachte verbeterde detergentie getoond, waarbij gelet is op de toepassing van een compositie volgens de uitvinding met betrekking tot een uit één fase bestaande vloeibare detergenten-  
10 compositie, die daarmee vergelijkbaar is, doch die niet volgens de uitvinding geformuleerd was. Compositie A bleek beter te zijn dan compositie B voor wat betreft twee van vijf gewassen test-weefsels; en in wezen equevalent in detergentie met betrekking tot de andere drie gewassen weefsels.

C O N C L U S I E S

1. Een geconcentreerde, waterhoudende, uit één fase bestaande, homogene, een builderbevattende, vloeibare detergenscompositie, welke
  - (a) ongeveer 15 tot 18 gew.% van een in water oplosbaar detergens-builder-zout, dat geen fosfaat is;
  - 5 (b) ongeveer 15 tot 23 gew.% van een oppervlakactieve niet-ionogene detergensverbinding, die het condensatieprodukt is van 5 tot 9 molen ethyleenoxyde met een mol van een alifatische alcohol met 12 tot 15 koolstofatomen;
  - (c) ongeveer 1 tot 6 gew.% van ten minste een amfotere  
10 detergensverbinding, die gekozen is uit de groep van
    - (i) betaïne-detergensverbindingen, die een structuur hebben welke beantwoordt aan de formule 1; en
    - (ii) alkyl-amido-betaïne-detergensverbindingen met een structuur, die beantwoordt aan de formule 2,  
15 in welke formules  $R^1$  een alkyl of een mengsel van alkylen met 9 tot 13 koolstofatomen voorstelt,  $R^2$  en  $R^3$  onafhankelijk van elkaar methyl of ethyl vertegenwoordigen, en  $R^4$  en  $R^5$  onafhankelijk van elkaar methyleen-, ethyleen- of propyleen-resten zijn;
  - 20 (d) ongeveer 5 tot 8 gew.% van een solubiliseringsmiddel, in hoofdzaak bestaande uit een alkalimetaalzout van van octyl-fosfonaat; en
  - (e) ongeveer 35 tot 65 gew.% water.
2. Een detergens-compositie volgens conclusie 1, waarin genoemde niet-ionogene detergens-verbinding een condensatieprodukt is van 6 tot 7 molen ethyleenoxyde met een mol van een alifatische alcohol met 12 tot 13 koolstofatomen.
3. Een detergens-compositie volgens conclusie 1 of 2, waarin het genoemde builder-zout natrium-citraat is.
4. Een detergens-compositie volgens één der conclusies 1-3, waarin  $R^1$  in de structuren van de genoemde betaïne-detergensverbindingen afgeleid is van kokosnootolie,  $R^2$  en  $R^3$  elk methyl voorstellen en  $R^4$  methyleen is.

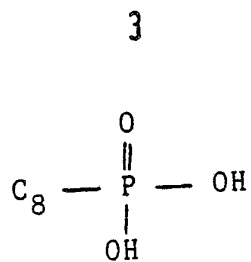
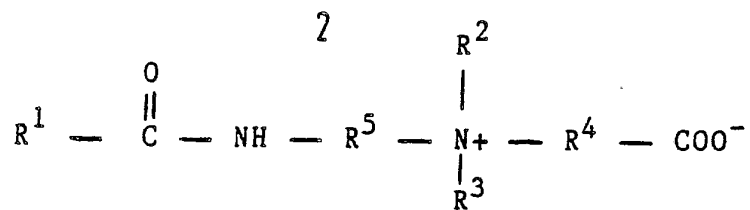
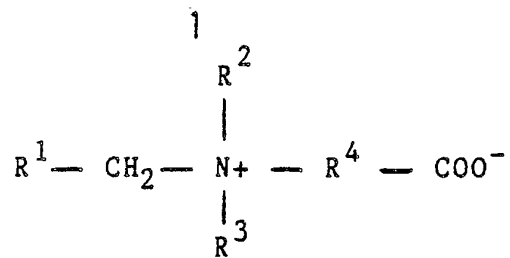
5. Een detergens-compositie volgens één der conclusies 1-4, waarin genoemde betaïne-detergensverbinding kokos-amido-propyl-dimethyl-ammoniumacetaat is.
6. Een detergens-compositie volgens één der conclusies 1-5, welke  
5 minder dan ongeveer 3 gew.% van een oppervlakactieve, anionactieve detergensverbinding bevat.
7. Een detergens-compositie volgens één der conclusies 1-6, welke in hoofdzaak vrij is van een anionactief detergens op basis van  $C_{10}$ - $C_{18}$ -alkylbenzeen-sulfonaat.
- 10 8. Een detergens-compositie volgens één der conclusies 1-7, die minder dan ongeveer 10 gew.% van een alkyleenglycol bevat.
9. Een detergens-compositie volgens één der conclusies 1-8, die in hoofdzaak vrij is van een alkyleenglycol.
10. Een detergens-compositie volgens één der conclusies 1-9, die  
15 ongeveer 45 tot 60 gew.% water bevat.
11. Een detergens-compositie volgens één der conclusies 1-10, waarin de concentratie aan builder-zout ongeveer 17 gew.% en het gebied met betrekking tot de niet-ionogene detergensverbinding zich uitstrekt van ongeveer 16 tot 18 gew.%, berekend op de compositie.
- 20 12. Een detergens-compositie volgens één der conclusies 1-11, waarin de concentratie aan het genoemde solubiliseringsmiddel in de compositie ongeveer 7 gew.% bedraagt.
13. Een methode voor het wassen, welke omvat: het in aanraking brengen van de te wassen bevlekte en/of vuile weefsels met een gecon-  
25 centreerde, waterhoudende, uit één fase bestaande, homogene, vloeibare detergens-compositie, welke bevat:
- (a) ongeveer 15 tot 18 gew.% van een in water oplosbaar detergens-builder-zout, dat geen fosfaat is;
- (b) ongeveer 15 tot 23 gew.% van een oppervlakactieve niet-  
30 ionogene detergensverbinding, welke het condensatieproduct is van 5 tot 9 molen ethyleenoxyde met een mol van een alifatische alcohol met 12 tot 15 koolstofatomen;
- (c) ongeveer 1 tot 6 gew.% van ten minste een amfotere detergensverbinding, die gekozen is uit de groep van
- 35 (i) betaïne-detergensverbindingen met een structuur, die beantwoordt aan de formule 1; en



- (ii) alkyl-amido-betaine-detergensverbindingen met een structuur, die beantwoordt aan de formule 2, in welke formules  $R^1$  een alkyl of een mengsel van alkylen met 9 tot 13 koolstofatomen voorstelt,  $R^2$  en  $R^3$  onafhankelijk van elkaar methyl of ethyl voorstellen, en  $R^4$  en  $R^5$  onafhankelijk van elkaar methyleen-, ethyleen- of propyleenresten vertegenwoordigen;
- 5
- (d) ongeveer 5 tot 8 gew.% van een solubiliseringsmiddel, in hoofdzaak bestaande uit een alkalimetaalzout van octyl-fosfonaat; en
- 10
- (e) ongeveer 35 tot 65 gew.% water.
14. Een methode volgens conclusie 13, waarin het genoemde builder-zout natrium-citraat is.
15. Een methode volgens conclusie 13 of 14, waarin de genoemde niet-ionogene detergensverbinding het condensatieprodukt is van 6 tot 7 molen ethyleenoxyde met een mol van een alifatische alcohol met 12 tot 13 koolstofatomen.
16. Een methode volgens één der conclusies 13-15, waarin in de structuurformules van de genoemde betaine-detergensverbindingen  $R^1$  afgeleid is van kokosnootolie,  $R^2$  en  $R^3$  elk methyl voorstellen en  $R^4$  methyleen is.
- 20
17. Een methode volgens één der conclusies 13-16, waarin genoemde vloeibare detergens-compositie in hoofdzaak vrij is van een anionactief detergens op basis van een  $C_{10}$ - $C_{18}$ -alkyl-benzeensulfonaat.
- 25
18. Een methode volgens één der conclusies 13-17, waarin genoemde vloeibare detergens-compositie in hoofdzaak vrij is van een alkyleen-glycol.
19. Een methode volgens één der conclusies 13-18, waarin genoemde vloeibare detergens-compositie ongeveer 45 tot 60 gew.% water bevat.
- 30
20. Een methode volgens één der conclusies 13-19, waarin de concentratie aan builder-zout ongeveer 17 gew.% bedraagt en de hoeveelheid niet-ionogene detergensverbinding ligt in het gebied van ongeveer 16 tot 18 gew.%, berekend op de compositie.
21. Een methode volgens één der conclusies 13-20, waarin de concentratie aan genoemd solubiliseringsmiddel in de vloeibare compositie
- 35
- ongeveer 7 gew.% bedraagt.

8303433

22. Een methode volgens één der conclusies 1-21, waarin de concentratie aan detergens-compositie in het waswater ongeveer 0,1 gew.% bedraagt.



8503485