



NORGE

(19) [NO]

STYRET FOR DET
INDUSTRIELLE RETTSVERN

[B] (12) UTLEGNINGSSKRIFT (11) Nr. 163962

(51) Int. Cl. C 11 D 1/94

(83)

(21) Patentsøknad nr.	853828	(86) Internasjonal søknad nr.	-
(22) Inngivelsesdag	27.09.85	(86) Internasjonal inngivelsesdag	-
(24) Løpedag	27.09.85	(85) Videreføringsdag	-
(62) Avdelt/utskilt fra søknad nr.		(41) Alment tilgjengelig fra	01.04.86
(71)(73) Søker/Patenthaver	COLGATE-PALMOLIVE COMPANY, 300 Park Avenue, New York, NY 10022, US.	(44) Utlegningsdag	07.05.90
		(72) Oppfinner KUD-YANN LAI, Plainsboro, NJ, US.	

(74) Fullmektig Tandbergs Patentkontor A-S, Oslo. (30) Prioritet begjært 28.09.84, US, nr. 656103.

(54) Oppfinnelsens benevnelse **FLYTENDE VASKEMIDDEL OG FREMGANGSMÅTE
FOR FREMSTILLING AV DETTE.**

(57) Sammendrag

Et høytskummende, flytende fin-
vaskemiddel basert på ikke-ionisk over-
flateaktivt middel, omfatter fire vesent-
lige overflateaktive midler, dvs.
1. et vannoppløselig, ikke-ionisk over-
flateaktivt middel som den hoved-
sakelige aktive bestanddel i en meng-
de over 50 vekt% av det samlede inn-
hold av overflateaktive bestanddeler,
2. en supplerende mengde av et vannopp-
løselig, skumdannende, anionisk over-
flateaktivt middel, ikke innbefatt-
ende de ethoxylerte alkylethersul-
fater,
3. en mindre mengde av et vannoppløselig,
skumdannende, overflateaktivt,
zwitterionisk betain og
4. en mindre mengde av et fettsyre-
alkanolamid som skumstabilisator,
oppløst i en veldig bærer.

(56) Anførte publikasjoner Ingen.

Oppfinnelsen angår flytende finvaskemidler med sterke skummingsegenskaper og inneholdende et ikke-ionisk overflateaktivt middel som den hovedsakelige aktive bestanddel som er supplert med mindre mengder av en spesifikk gruppe av anioniske overflateaktive midler og med ennu mindre mengder av et zwitterionisk overflateaktivt betain og et fettsyre-alkanolamidskumstabiliseringmiddel i et veldig medium.

Ikke-ionisk overflateaktive midler er generelt kjemisk inerte og stabile overfor pH-forandringer og er derfor vel-egnede for blanding og anvendelse i blanding med andre materialer. Ikke-ioniske overflateaktive midlers overlegne egen-skaper hva gjelder å fjerne oljeaktivt smuss er velkjent. Ikke-ioniske overflateaktive midler er også kjente for å være milde overfor huden. Som gruppe er det imidlertid kjent at ikke-ioniske overflateaktive midler gir lav eller moderat skumning. For vaskemidler som skal gi et rikelig og stabilt skum er anvendelsen av ikke-ioniske overflateaktive midler derfor begrenset. Det har vært betydelig interesse og anstrengelser for å utvikle et høytskummende vaskemiddel med ikke-ioniske overflateaktive midler som hovedbestanddel. Imidlertid er lite hittil blitt oppnådd.

Teknikkens stand er full av beskrivelser av flytende finvaskemidler som inneholder ikke-ioniske overflateaktive midler i kombinasjon med anioniske og/eller zwitterioniske overflateaktive betainer, hvor det ikke-ioniske tensid ikke er det hovedsakelige overflateaktive middel, som beskrevet i US patent 3658985 ifølge hvilket en sjampo basert på et anionaktivt tensid inneholder en mindre mengde av et fettsyre-alkanolamid. I US patent 3769398 er en sjampo beskrevet som er basert på betain og som inneholder mindre mengder av ikke-ioniske overflateaktive midler. Det er angitt i patentet at ikke-ioniske tensiders dårlige skummingsegenskaper gjør at anvendelsen av disse i sjampoer ikke er foretrukket. Også i US patent 4329335 er en sjampo beskrevet som inneholder et overflateaktivt betain som den hovedsakelige bestanddel og mindre mengder av et ikke-ionisk overflateaktivt middel og av et fettsyre mono- eller diethanolamid. I US patent 4259204 er en sjampo beskrevet som omfatter 0,8-20 vekt% av en an-

- ionaktiv fosforsyreester og et ytterligere overflateaktivt middel som kan være anionaktivt, amfotert eller ikke-ionisk.

I US patent 4329334 er en sjampo beskrevet som er basert på anionaktive og amfotere tensider og inneholder en hoved-
5 sakelig mengde av anionisk overflateaktivt middel og mindre mengder av et betain og ikke-ioniske overflateaktive midler.

I US patent 3935129 er et flytende rensemiddel beskrevet som er basert på alkalimetallsilikatinnholdet og inneholder fem grunnleggende bestanddeler, nemlig urinstoff, glycerol,
10 triethanolamid, et anionaktivt tensid og et ikke-ionisk tensid. Silikatinnholdet er bestemmende for mengden av anionaktivt og/eller ikke-ionisk tensid i det flytende rensemiddel. Skumningsegenskapene for disse rensemidler er imidlertid ikke omtalt i US patentet.

15 I US patent 4129514 er et flytende fullvaskemiddel for vasking av tøy beskrevet, omfattende en blanding av i det vesentlige like mengder av anioniske og ikke-ioniske overflateaktive midler, alkanolaminer og magnesiumsalter og eventuelt zwitterioniske, overflateaktive midler som skummingsmodifiseringsmidler.

20 I US patent 4224195 er et veldig vaskemiddel for vasking av sokker eller strømper beskrevet, omfattende en spesifikk gruppe av ikke-ioniske tensider, nemlig et ethylenoxyd av en sekundær alkohol, en spesifikk gruppe av anionaktive tensider,
25 nemlig et svovelsyreestersalt av et ethylenoxydaddukt av en sekundær alkohol, og et amfotert overflateaktivt middel som kan være betain, idet det anioniske eller ikke-ioniske overflateaktive midler kan være den hovedsakelige bestanddel.
Den spesifikke gruppe av anioniske overflateaktive midler
30 som anvendes i henhold til dette patent, er nøyaktig den samme gruppen av anionaktive tensider som er uttrykkelig ute-lukket i henhold til den foreliggende oppfinnelse for å eliminere alkanolethoxylatsulfateringsprosessen og det potensielle giftighetsproblem på grunn av dioxan. Dessuten er det
35 i dette US patent angitt at vaskemidler som er sterkt skumende, er uønskede for vasking av sokker. Vaskemidlet ifølge dette US patent mangler videre et fettsyrealkanolamid som skumstabiliseringsmiddel, hvilket er en vesentlig bestanddel i

de foreliggende finvaskemidler.

Det er også innen teknikkens stand beskrevet vaske-midler som bare inneholder ikke-ioniske overflateaktive midler, som beskrevet i US patenter 4154706 og 4329336, hvor sjampoer er beskrevet som inneholder en rekke spesielle ikke-ioniske overflateaktive midler for å oppnå ønsket skumning og ønskede renseegenskaper, til tross for den kjengjerning at ikke-ioniske overflateaktive midler som regel er mangelfulle hva gjelder slike egenskaper.

I US patent 4013787 er en piperazinbasert polymer beskrevet i kondisjoneringsmidler og sjampoer som kan inneholde utelukkende ikke-ionisk overflateaktivt middel eller ute-lukkende anionisk overflateaktivt middel.

I US patent 4450091 er sjampoer med høy viskositet beskrevet som inneholder en blanding av et amfotert overflateaktivt betain, et ikke-ionisk tensid bestående av polyoxybutylenpolyoxyethylen, et anionisk overflateaktivt middel, et fettsyrealkanolamid og en polyoxyalkylenglycolfetteester. Imidlertid inneholder ingen av de sjampoer som er eksemplifisert, en blanding av aktive bestanddeler hvori det ikke-ioniske tensid er tilstede i den hovedsakelige mengde, og dette skyldes antagelig de lavtskummende egenskaper til det ikke-ioniske tensid bestående av polyoxybutylenpolyoxyethylen.

Imidlertid er i intet av de ovennevnte patenter et høyt-skummende, flytende vaskemiddel som er basert på et ikke-ionisk overflateaktivt middel beskrevet som inneholder det ikke-ioniske overflateaktive middel som den hovedsakelige aktive bestanddel, og mindre mengder av et supplerende høyt-skummende, overflateaktivt anionisk sulfat eller sulfonat, ikke innbefattende ethoxylerte alkoholethersulfater, et supplerende skummende zwitterionisk overflateaktivt middel bestående av et betain og et fettsyrealkanolamid som skum-stabiliseringssmidel, som de fire vesentlige bestanddeler, idet den ikke-ioniske bestanddel utgjør over 50% av det samlede innhold av overflateaktive bestanddeler.

Oppsummering av oppfinnelsen

Det har nu vist seg at et høyskummende flytende vaske-middel kan fremstilles med et ikke-ionisk overflateaktivt

5 middel som den hovedsakelige aktive bestanddel og ha ønskede
renseegenskaper, mildhet overfor huden og under unngåelse av
det giftighetsproblem som skyldes dioxan og som er forbundet
med sulfateringsprosessen ved fremstilling av anioniske
ethoxylerte alkoholethersulfater.

10 Det tas derfor ved oppfinnelsen sikte på å tilveie-
bringe høytskummende, flytende finvaskeprodusenter som er basert
på et ikke-ionisk overflateaktivt middel som den hovedsakelige
bestanddel, dvs. i en mengde over 50% av det samlede innhold
av overflateaktive bestanddeler.

15 Det tas ved oppfinnelsen også sikte på å tilveiebringe
flytende vaskemidler som inneholder en hovedsakelig mengde
mengder av et anionisk overflateaktivt middel suppleret med mindre
mengder av et zwitter-
ionisk overflateaktivt betain og et fettsyrealkanolamid som
skumstabiliseringsmiddel.

20 Det tas ved oppfinnelsen videre sikte på å tilveiebringe
et flytende vaskemiddel som er basert på et ikke-ionisk over-
flateaktivt middel og som har ønskelige sterktskummende egen-
skaper og renseegenskaper og som er mildt overfor huden.

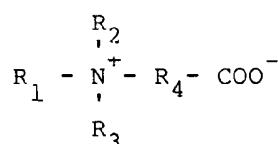
25 Det tas dessuten ved oppfinnelsen sikte på å tilveie-
bringe et flytende vaskemiddel som er basert på et ikke-ionisk
overflateaktivt middel og som inneholder et supplerende an-
ionisk overflateaktivt middel, ikke innbefattende de ethoxylerte
alkylethersulfater, som eliminerer alkanolethoxylatsulfater-
ingsprosessen og det potensielle giftighetsproblem som skyldes
dioxan.

30 Det sterktskummende flytende finvaskeprodusenter ifølge opp-
finnelsen som er basert på et ikke-ionisk overflateaktivt
middel, omfatter fire vesentlige overflateaktive midler, dvs.
et vannoppløselig, ethoxylert, ikke-ionisk overflateaktivt
middel som den hovedsakelige aktive bestanddel i en mengde
over 50 vekt% av det samlede innhold av overflateaktive be-
standdeler, en supplerende mengde av et skumdannende, anionisk
overflateaktivt middel bestående av vannoppløselige organiske
sulfater eller organiske sulfonater, ikke innbefattende de
ethoxylerte alkylethersulfater, en mindre mengde av et skum-
dannende, vannoppløselig, zwitterionisk overflateaktivt betain

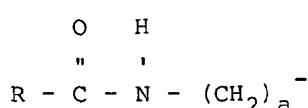
- og en mindre mengde av et alkanolamid, oppløst i en vandig bærer.

Den foreliggende oppfinnelse angår nærmere bestemt et høytskumende, flytende finvaskemiddel basert på ikke-ionisk overflateaktivt middel, og finvaskemidlet er særpreget ved at det i det vesentlige består av

- 5 (A) 8-30 vekt% av et vannoppløselig, ikke-ionisk overflateaktivt middel valgt fra gruppen bestående av a) primære og sekundære C_8-C_{18} -alkanolkondensater med 5-30 mol ethylenoxyd, b) kondensater av C_8-C_{18} -alkylfenol med 5-30 mol ethylenoxyd, c) kondensater av C_8-C_{20} -alkanol med en heterogen blanding av ethylenoxyd og propylenoxyd med et vektforhold mellom ethylenoxyd og propylenoxyd av 2,5:1-4:1 og et samlet alkyleneoxydinnhold av 60-85 vekt%, og d) kondensater av 2-30 mol ethylenoxyd med sorbitanmono- og -tri- $C_{10}-C_{20}$ -alkansyreestere med en HLB av 8-15,
- 10 (B) 1-10 vekt% av et vannoppløselig, anionisk tensid valgt fra gruppen bestående av C_8-C_{18} -alkylsulfater, C_8-C_{16} -alkylbenzensulfonater, $C_{10}-C_{20}$ -parafinsulfonater, $\alpha-C_{10}-C_{24}$ -olefinsulfonater, C_8-C_{18} -alkylsulfosuccinat-estere, C_8-C_{18} -acylisethionater og C_8-C_{18} -acyltaurater,
- 15 (C) 0,5-8 vekt% av et vannoppløselig betain med den generelle formel:



20 hvor R_1 er en alkylgruppe med 10-20 carbonatomer, fortrinnsvis 12-16 carbonatomer, eller amidradikalet:



25 hvor R er en alkylgruppe med 9-19 carbonatomer og a er et helt tall fra 1 til 4, R_2 og R_3 er begge alkylgrupper med 1-3 carbonatomer, fortrinnsvis ett carbonatom, og R_4 er en alkylene- eller hydroxyalkylengruppe med 1-4 carbonatomer og eventuelt én hydroxylgruppe,

- (D) 0,5-8 vekt% av et C₁₀-C₁₈-fettsyre-C₂-C₃-alkanolamid som skumstabilisator, oppløseliggjort i
5 (E) et veldig medium,
idet summen av A-D er 10-55 vekt% av vaskemidlet og
det ikke-ioniske overflateaktive middel utgjør over
50 vekt% av den nevnte sum, og
10 (F) 1-15 vekt% av et oppløseliggjørende middel valgt fra
gruppen bestående av mono- og dihydroxy-C₂-C₃-alkanoler,
vannoppløselige salter av C₁-C₃ alkylsubstituerte
benzensulfonathydrotroper og blandinger derav.

Denne spesielle kombinasjon av fire bestanddeler i de
angitte vektmengder av over 50% ikke-ionisk overflateaktivt
middel og samlet under 50% av anionisk overflateaktivt middel,
15 betain og fettsyrealkanolamid er av kritisk betydning for
det foreliggende flytende vaskemiddels sterke skumming og
ønskede renseegenskaper og for bibeholdelsen av mildheten
overfor huden. Den samlede mengde av overflateaktive midler
utgjør 10-55, fortrinnsvis 20-40, og mest foretrukket
20 25-35, vekt% av det flytende vaskemiddel.

Oppfinnelsen angår også en fremgangsmåte ved frem-
stilling av et vaskemiddel ifølge oppfinnelsen, og fremgangs-
måten er særpreget ved at det ikke-ioniske overflate-
25 flateaktive middel først blandes med det oppløseliggjørende
middel, hvorefter under agtering det anioniske overflate-
aktive middel, betainet og fettsyrealkanolamidet tilsettes
i rekkefølge under agtering, og til slutt tilsettes, også
under agtering, oppskriftsmengden av vann for dannelse av
en veldig oppløsning av vaskemidlet basert på ikke-ionisk
30 overflateaktivt middel.

Detaljert beskrivelse av oppfinnelsen

Utelatelsen av én eller flere bestanddeler påvirker
skumningen på uheldig måte, som vist i de nedenstående
tabeller 1 og 2 som er basert på forsøk utført i overens-
35 stemmelse med den velkjente skumningsprøvning i henhold til
Ross-Miles som er beskrevet i "Oil and Soap", 18, sidene
99-102 (1941). Prøveopplosninger med vaskemidler i en kon-
sentrasjon av 0,1% prøves i en skumningskolonne i henhold til

165962

Ross-Miles, og skumhøyden noteres.

Tabell 1

6 Skumdannelse (værelsetemperatur ca. 20°C)

	Vaskemiddel	Skumhøyde (mm)		
		0 ppm	Ledningsvann (ca. 100 ppm)	300 ppm
10	N91-8 ¹ (30% AI)	60	68	60
16/6	N91-8/ALS ²	112	110	105
16/6/4	N91-8/ALS/betain ³	140	143	120
15	16/6/4/3 N91-8/ALS/betain/LMMEA ⁴	143	152	142
	Ledende kvalitet av markedsført LDLD ⁵	122	146	103

20 ¹"Neodol"-ethoxylat inneholdende 8 ethylenoxydgrupper pr
molekyl C₉-C₁₁-alifatisk alkohol

25 ²Ammoniumlaurylsulfat (65% C₁₂-alkyl, 28% C₁₄-alkyl og 7%
C₁₆-alkyl, basert på vekt)

30 ³Kokosamidpropyldimethylbetain

35 ⁴Laurylmyristylmonoethanolamid

40 ⁵Inneholdende 30 vekt% anioniske overflateaktive midler og
4 vekt% fettsyrealkanolamid

Tabell 2Skumdanneise (ca. 50°C)

5	Vaskemiddel	Skumhøyde (mm)		
		Oppm	Ledningsvann (ca. 100 ppm)	300 ppm
	N91-8 ¹ (30% AI)	75	95	70
10	16/6 N91-8/ALS ²	126	132	125
	16/6/4 N91-8/ALS/betain ³	134	145	141
	16/6/4/3 N91-8/ALS/betain/LMMEA ⁴	163	170	148
15	Ledende kvalitet av markedsført LDLD ⁵	149	174	135

Disse resultater viser tydelig at utelatelsen av én eller flere av bestanddelene fra vaskemidlet ifølge oppfinnelsen som er basert på den ikke-ioniske bestanddel, sterkt reduserer skumningen og fører til utilfredsstillende skumming. Det skal også bemerkes at de foreliggende vaskemidler oppviser bedre skumning enn et flytende finvaskemiddel som for tiden befinner seg på markedet og som inneholder ca. 30 vekt% av en blanding av anionisk alkylbenzensulfat og anionisk alkyl-polyethenoxyethersulfat som tensider og ca. 4 vekt% av et fettsyrealkanolamid.

Det ikke-ioniske overflateaktive middel som utgjør hovedbestanddelen i de foreliggende vaskemidler, er tilstede i en mengde av 8-30, fortrinnsvis 13-25, og mest foretrukket 16-22, vekt% av vaskemidlet og gir overlegne bruksegenskaper hva gjelder fjernelse av oljeaktig smuss og mildhet overfor huden.

De vannoppløselige, ikke-ioniske overflateaktive midler i de foreliggende vaskemidler er velkjente markedsførte overflateaktive midler og innbefatter de primære alifatiske alkoholethoxylater, sekundære alifatiske alkoholethoxylater, alkylfenolethoxylater og ethylenoxyd-propylenoxydkondensater på primære alkanoler, som de som selges under varemerket

Plurafac®, og kondensater av ethylenoxyd med sorbitanfett-syrestere, som de som selges under varemerket Tween®.

De ikke-ioniske, syntetiske, organiske tensider er generelt kondensasjonsproduktene av en organisk alifatisk eller alkyl-aromatisk hydrofob forbindelse og hydrofile ethylenoxyd-grupper. Praktisk talt en hvilken som helst hydrofob forbindelse med en carboxy-, hydroxy-, amid- eller aminogruppe med et fritt hydrogenatom bundet til nitrogenatomet kan kondenseres med ethylenoxyd eller med polyethylenglycol som er polyhydratiseringsproduktet av dette, under dannelse av et vannoppløselig, ikke-ionisk tensid. Dessuten kan lengden av polyethenoxykjeden reguleres for å oppnå den ønskede balanse mellom de hydrofobe og hydrofile elementer.

Gruppen av ikke-ioniske tensider innbefatter kondensasjonsproduktene av en høyere alkohol (f.eks. en alkanol inneholdende 8-18 carbonatomer i en rett eller forgrenet kjede) kondensert med 5-30 mol ethylenoxyd, for eksempel lauryl-myristylalkohol kondensert med ca. 16 mol ethylenoxyd (EO), tridecanol kondensert med ca. 6 mol EO, myristylalkohol kondensert med ca. 10 mol EO pr. mol myristylalkohol, kondensasjonsproduktet av EO med en "heart-cut"-fraksjon av kokosnøtfettalkohol inneholdende en blanding av fettalkoholer med alkylkjeder med en lengde varierende fra 10 til 14 carbonatomer og hvor kodensatet inneholder ca. 6 mol EO pr. mol samlet alkohol eller ca. 9 mol EO pr. mol alkohol, og talgalkoholethoxylater inneholdende 6-11 EO pr. mol alkohol.

En foretrukken gruppe av de ovenstående ikke-ioniske overflateaktive midler er ethoxylatene som selges under varemerket "Neodol" og som er høyere alifatiske primære alkohol-ethoxylater med 5-20 ethylenoxygrupper pr. mol alifatisk primær alkohol inneholdende 9-15 carbonatomer, som C₉-C₁₁-alkanol kondensert med 8 mol ethylenoxyd ("Neodol 91-8"), C₁₂₋₁₃-alkanol kondensert med 6,5 mol ethylenoxyd ("Neodol 23-6,5"), C₁₂₋₁₅-alkanol kondensert med 12 mol ethylenoxyd ("Neodol 25-12") eller C₁₄₋₁₅-alkanol kondensert med 13 mol ethylenoxyd ("Neodol 45-13") etc. Slike ethoxamerer har en HLB (hydrofob-lipofil balanse)-verdi av 8-15 og gir god olje-i-vann-emulgering, mens ethoxamerer med HLB-verdier under 8

inneholder mindre enn 5 ethylenoxydgrupper og er tilbøyelige til å være dårlige emulgeringsmidler og dårlige tensider.

Ytterligere tilfredsstillende vannoppløselige alkohol-ethylenoxydkondensater er kondensasjonsproduktene av en sekundær alifatisk alkohol som inneholder 8-18 carbonatomer i en rett eller forgrenet kjede og er kondensert med 5-30 mol ethylenoxyd. Eksempler på handelstilgjengelige ikke-ioniske tensider av den ovennevnte type er sekundær C₁₁-C₁₅-alkanol kondensert med 9 EO (Tergitol® 15-S-9) eller 12 EO (Tergitol® 15-S-12).

Andre egnede ikke-ioniske tensider innbefatter polyethylenoxydkondensatene av ett mol alkylfenol inneholdende 8-18 carbonatomer i en alkylgruppe med rett eller forgrenet kjede og med 5-30 mol ethylenoxyd. Spesifikke eksempler på alkylfenolethoxylater innebefatter nonyl kondensert med ca. 9,5 mol EO pr. mol nonylfenol, dodecylfenol kondensert med ca. 12 mol EO pr. mol fenol, dioxylfenol kondensert med ca. 15 mol EO pr. mol fenol. Handelstilgjengelige ikke-ioniske overflateaktive midler av denne type innbefatter "Igepal CO-630" (nonylfenolethoxylat).

Blant de tilfredsstillende ikke-ioniske tensider finnes også de vannoppløselige kondensasjonsprodukter av en C₈-C₂₀-alkanol med en heterogen blanding av ethylenoxyd og propylenoxyd, hvori vektforholdet mellom ethylenoxyd og propylenoxyd er 2,5:1-4:1, fortrinnsvis 2,8:1-3,3:1, idet den samlede mengde av ethylenoxyd og propylenoxyd (innbefattende ethanol- eller propanolendegruppen) er 60-85, fortrinnsvis 70-80, vekt%. Slike tensider er tilgjengelige i handelen, og et spesielt foretrukket tensid er et C₁₀-C₁₆-alkanolkondensat med ethylenoxyd og propylenoxyd, hvori vektforholdet mellom ethylenoxyd og propylenoxyd er 3:1 og det samlede alkoxyinnhold ca. 75 vekt%.

Kondensater av 2-30 mol ethylenoxyd med sorbitanmono- og -tri-C₁₀-C₂₀-alkansyreestere med en HLB av 8-15 kan også anvendes som den ikke-ioniske tensidbestanddel i den beskrevne sjampo. Disse overflateaktive midler er velkjente og tilgjengelige i handelen under varemerket Tween®. Egnede

overflateaktive midler innbefatter polyoxyethylen (4)-sorbitanmonolaurat, polyoxyethylen (4)-sorbitanmonostearat, polyoxyethylen (20)-sorbitantrioleat og polyoxyethylen (20)-sorbitantristearat.

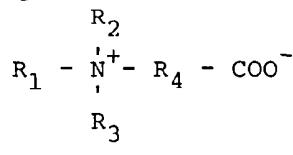
5 Andre egnede vannoppløselige, ikke-ioniske tensider som er mindre foretrukne, selges under varemerket Pluronic^R. Forbindelsene dannes ved å kondensere ethylenoxyd med en hydrofob base dannet ved kondensasjon av propylenoxyd med propylenglycol. Molekylvekten for molekylets hydrofobe del 10 er 950-4000, fortrinnsvis 1200-2500. Addisjonen av polyoxyethylenradikaler til den hydrofobe del er tilbøyelig til å øke molekylets oppløselighet som helhet slik at det overflateaktive middel blir vannoppløselig. Blokkpolymerenes molekylvekt er 1000-15000, og polyethylenoxydinnholdet kan 15 utgjøre 20-80 vekt%. Disse overflateaktive midler vil fortrinnsvis foreligge i flytende tilstand, og tilfredsstillende overflateaktive midler er tilgjengelige under kvalitetsbetegnelsene L62 og L64.

20 Det anioniske overflateaktive middel som er en vesentlig bestanddel i det foreliggende flytende vaskemiddel, utgjør 1-10, fortrinnsvis 2-8, og mest foretrukket 3-6, vekt% av dette og gir gode skumningsegenskaper. Imidlertid anvendes fortrinnsvis reduserte mengder for å forbedre mildheten overfor hudens som er ønsket for de foreliggende vaskemidler, og 25 vektforsinket mellom ikke-ionisk tensid og anionisk tensid bør således være over 3:1. Dessuten innbefatter ikke den spesielle gruppen av anvendte anioniske overflateaktive midler de overflateaktive C₈-C₁₈-alkylpolyethenoxyethersulfater for å unngå giftigheten som følge av dioxan som er forbundet med 30 sulfateringsprosessen for ethoxylerte alkoholer. De nevnte ethoxylerte alkoholethersulfater er således uttrykkelig ute-lukket fra den spesifikke gruppen av anvendte anioniske overflateaktive midler.

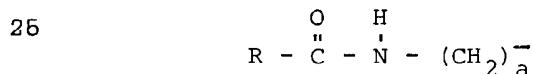
35 De anioniske overflateaktive midler som kan anvendes i det flytende vaskemiddel ifølge oppfinnelsen som er basert på et ikke-ionisk overflateaktivt middel, er vannoppløselige og innbefatter natrium-, kalium-, ammonium- og ethanolammonium-saltene av C₈-C₁₈-alkylsulfater, for eksempel laurylsulfat.

eller myristylsulfat etc., lineære C₈-C₁₆-alkylbenzensulfonater, C₁₀-C₂₀-parafinsulfonater, α-olefinsulfonater inneholdende 10-24 carbonatomer, C₈-C₁₈-alkylsulfoacetater, C₈-C₁₈-alkylsulfosuccinatester, C₈-C₁₈-acylisethionater og 5 C₈-C₁₈-acyltaurater. Foretrukne anioniske overflateaktive midler er de vannoppløselige C₁₂-C₁₆-alkylsulfater, C₁₀-C₁₅-alkylbenzen sulfonatene, C₁₃-C₁₇-parafinsulfonatene og α-C₁₂-C₁₈-olefinsulfonatene.

Det vannoppløselige, zwitterioniske overflateaktive 10 middel som også er en vesentlig bestanddel i det foreliggende flyttende vaskemiddel, utgjør 0,5-8, fortrinnsvis 2-6, og mest foretrukket 3-5, vekt% og gjør at det foreliggende flytende vaskemiddel som er basert på et ikke-ionisk overflateaktivt middel får gode skumningsegenskaper og mildhet. Det 15 zwitterioniske overflateaktive middel er et vannoppløselig betain med den generelle formel:



20 hvori R₁ er en alkylgruppe med 10-20, fortrinnsvis 12-16, carbonatomer, eller amidradikalet:



25 hvori R er en alkylgruppe med 9-19 carbonatomer og a er et helt tall fra 1 til 4, R₂ og R₃ er begge alkylgrupper med 1-3 carbonatomer, fortrinnsvis ett carbonatom, og R₄ er en alkylen- eller hydroxyalkylengruppe med 1-4 carbonatomer og eventuelt én hydroxylgruppe. Typiske alkyldimethylbetainer innbefatter decyldimethylbetain eller 2-(N-decyl-N,N-dimethylammonium)-acetat, kokosdimethylbetain eller 2-(N-kokos-N,N-dimethylammonium)-acetat, myristyldimethylbetain, palmytyldimethylbetain, lauryldimethylbetain, cetyldimethylbetain eller stearyldimethylbetain etc. Amidbetainene innbefatter på 30 35

- lignende måte kokosamidethylbетain eller kokosamidpropylbетain etc. Et foretrukket betain er kokos- (C_8-C_{18})-amidpropyldimethylbетain.

Den fjerde vesentlige bestanddel i det foreliggende
 5 flytende vaskemiddel som er basert på et ikke-ionisk over-
 flateaktivt middel, er et fettsyre- C_2-C_3 -alkanolamid som
 virker som skumstabilisator i en mengde av 0,5-8, fortrinns-
 vis 2-6, og mest foretrukket 3-5, vekt% av vaskemidlet.
 Anvendbare forbindelser innen denne gruppe innbefatter mono-
 10 og diethanolamider og isopropanolamider av høyere fettsyrer
 med 10-18 carbonatomer. Spesielle eksempler på egnede
 alkanolamider innbefatter kokosmonoethanolamid, kokosdi-
 ethanolamid, laurin-myristindieethanolamid, laurinmonoethanol-
 amid, laurinmonoisopropanolamid og laurin-myristinmonoethanol-
 15 amid, idet det sistnevnte er spesielt foretrukket.

Alle de ovennevnte fire bestanddeler i det foreliggende
 flytende finvaskemiddel er vannoppløselige eller dispergerbare
 i vann og holder seg slik under lagring.

Denne spesielle kombinasjon av anionisk overflateaktivt
 20 middel og overflateaktivt betain sammen med fettsyrealkanol-
 amidskumstabilisatoren gir et tensidsystem som samarbeider med
 det ikke-ioniske overflateaktive middel slik at det fås et
 flytende vaskemiddel med ønskede skumnings-, skumstabilitets-
 og renseegenskaper og som virker mildt overfor huden. Det
 25 er overraskende at det erholdte homogene flytende vaskemiddel
 oppviser den samme eller forbedret skumdannelse både hva
 gjelder opprinnelig skumvolum og skummets stabilitet i nærvær
 av smuss, og renseeffektivitet som et flytende finvaskemiddel
 (LDLD) som er basert på et anionisk overflateaktivt middel,
 30 som vist i den nedenstående tabell 3 som gjengir resultater
 oppnådd ved Håndoppvaskprøvningen. Ved denne prøvning blir
 keramiske middagstallerkner med en diameter av 24,1 cm og
 tilsmusset med ca. 4 g fettstoffsmuss eller ca. 15 g
 spaghettiaussmuss vasket med et tidsmellomrom på 30 sekunder
 35 i en oppvaskkum inneholdende 6 g (0,1%) eller 12 g (0,2%)
 flytende vaskemiddel oppløst i seks liter vann med en valgt
 hardhet og ved en temperatur av ca. 46°C (6 gram vaskemiddel
 anvendes når hver tallerken er tilsmusset med

spaghettisaus, og 12 gram anvendes når hver tallerken er tilsmusset med fettstoff ved begynnelsen av prøvningen). Et skumlag dannes ved at de seks liter vann får falle fra en separeringstrakt som er montert 40,6 cm over oppvaskkummens bunn,
 5 ned i en Petri-skål som inneholder det flytende vaskemiddel som skal prøves og som befinner seg i midten av oppvaskkummen. Petri-skålen fjernes forsiktig, og skumhøyden blir målt før prøvningen starter. En tilsmusset tallerken legges i oppløsningen hvert tredevte sekund og vaskes av operatøren i
 10 10-15 sekunder mens den holdes slik at ca. halvparten befinner seg i oppløsningen og halvparten utenfor oppløsningen. Vaskingen fortsettes inntil ca. halvparten av oppvaskkummens overflate er blitt dekket med skum. Som regel utføres et kontrollforsøk samtidig som produktet prøves, for å eliminere
 15 eventuelle forskjeller som skyldes forskjellige operatører. Resultatene er reproducerbare, og en forskjell mellom de to tallerkner betraktes som signifikant.

Tabell 3

Resultatbedømmelse for forskjellige ikke-ioniske tensider

		Resultat av håndoppvask (Antall vaskede tallerkner)	
<u>Ikke-ionisk basert system</u>		<u>Fett-stoff</u>	<u>Spaghetti-saus</u>
25	19/6/4/5 X/ALS/betain /LMMEA		
X = "Neodol 91-8"	20	41	
X = "Neodol 91-6"	20	38	
X = "Neodol 23-6.5"	17	32	
X = "Neodol 25-12"	17	34	
X = "Neodol 45-11"	15	32	
X = Tergitol® 15-S-9	16	33	
X = Tergitol® 15-S-12	16	32	
X = "Igepal CO-630"® ⁶	18	37	
X = Plurafac® B-26 ⁷	17	31	
X = Ultrawet® N ⁸	19	38	
<u>Anionisk baserte system</u>			
35	17/13/4 LDBS/AEOS(3) ¹⁰ /LMMEA	15	34
16/6/4/3 AEOS (6.5)/ALS/betain /LMMEA	17	33	

"Neodol" : Primære alkoholethoxylater

Tergitol® : Sekundære alkoholethoxylater

6 - Ethoxylert (9,5) nonylfenol

7 - Kondensat av ethylenoxyd og propylenoxyd på C₁₀-C₁₆-
5 alkanol (EO/PO = 3:1 og samlet alkyleneoxyd = 75%)

8 - Modifisert alkanolethoxylat

9 - Lineært natriumdodecylbenzensulfonat

10 - Ammonium-C₁₂-C₁₅-alkyl-(C₂H₄O)₃-sulfat

10

Bedømmelsen av bruksresultatene ved håndoppvasken oppsummert i Tabell 3 viser tydelig at oppskriftene basert på ikke-ionisk overflateaktivt middel gir like godt resultat som eller et bedre resultat enn systemene basert på anionisk overflateaktivt middel.

15

Det har vist seg at tilfredsstillende resultater også kan oppnås ved anvendelse av det foreliggende flytende vaskemiddel basert på ikke-ionisk overflateaktivt middel ved reduserte konsentrasjoner av anionisk overflateaktivt middel 20 for å oppnå bedre mildhet, og ved lavere konsentrasjoner av ethanolamider for å unngå blakning av vaskemidlet, hvilket er vist i Tabell 4.

Tabell 4

25

	<u>Eksempler</u>	<u>Resultat av håndoppvask (Antall vaskede tallerkner)</u>	
		<u>Fettsstoffsmuss</u>	<u>Spaghettisau</u>
	1. 19/6/4/5 "Neodol 91-8"/ALS/betain /LMMEA	20	41
30	2. 19/4/4/5 "Neodol 91-8"/ALS/betain /LMMEA	17	37
	3. 19/2/4/5 "Neodol 1-8"/ALS/betain /LMMEA	17	32
	4. 19/6/4/4 "Neodol 91-8"/ALS/betain /LMMEA	17	36
35	5. 19/6/4/3 "Neodol 91-8"/ALS/betain /LMMEA	16	32
	6. 34 "Neodol 91-8"	3	7

Så små mengder som 2% anionisk overflateaktivt middel (Eksempel 3) gir godt resultat, og så små mengder som 3% ethanolamid (Eksempel 5) gir godt resultat, spesielt sammenlignet med et vaskemiddel som inneholder 34 vekt% "Neodol 5 91-8" som ikke-ionisk tensid.

Blandingen som er basert på ikke-ionisk overflateaktivt middel gir de følgende fordeler i tillegg til et lignende eller bedre resultat:

Den eliminerer det potensielle giftighetsproblem på 10 grunn av dioxan og som er forbundet med fremstilling av alkanolethoxamersulfater, den gir større muligheter for ytterligere å forbedre mildheten, og den gir mer plass for prisbesparelser.

Evnen til å fjerne smuss, i form av en bedømmelse av 15 renseeffektiviteten ved oppvask eller ved generelle anvendelser, er overlegen i forhold til kjente produkter som for tiden er markedsført, hvilket fremgår av Tabell 5, ved anvendelse av en statistisk neddykkingsprøvning. En tilsmusset tallerken (0,5 g fettstoffsmuss) som er blitt lagret i 1,5 20 min. neddykkes i 30 s i en varm (50°C) vandig prøveoppløsning med en hardhet av 150 ppm og en alkalinitet av 100 ppm og inneholdende 0,1% tensid, og den blir øyeblikkelig overført til et isvannbad for å stoppe smussfjernelsesprosessen. Den ufjernede smuss får störkne på tallerkenen som tørkes i luft, 25 og % SR (smussfjernelse) beregnes som følger:

$$\% \text{ SR} = \frac{\text{Fjernet smussmengde}}{\text{Opprinnelig smussmengde}} \times 100 \%$$

Tabell 5

30 Statisk neddykkingsprøvning

<u>Vaskemiddel</u>	<u>% fjernet smuss</u>
1. Kommersielt LDLD, ledende kvalitet A ^a	33
2. Kommersielt LDLD, ledende kvalitet B ^b	54
3. "Neodol 91-8" (30% AI)	2,5
35 4. "Neodol 23-6,5" (30% AI)	19
5. 16/6/4/3 N 91-8/ALS/BE ^c /LMMEA	73
6. 16/6/4/3 N 91-8/ALS/BE ^c /LMDEA	56
7. 16/10/3, N 91-8/AEOS (3)/LMMEA	50

- a) Inneholder 17% natriumdodecylbenzensulfonat, 13% ammonium-C₁₂-C₁₅-alkyltriethenoxyethersulfat og 4% fettsyrealkanolamid.
- 5 b) Inneholder ca. 15% C₁₂-C₁₄-polyethenoxy (12)-ethersulfat, 8% C₁₂-C₁₄-ethenoxy (1)-ethersulfat, 3% ammoniumlauryl-sulfat, 5% lauryldimethylaminoxyd, 1% alkylglycerylether-sulfonat og 1% ikke-ionisk aktivt middel.
- c) BE = C₈-C₁₈-alkylamidpropyldimethylbetaein.

10 Det skal også bemerkes at sammenligningseksempl 7 som inneholder de ethoxyethylerte alkylethersulfater oppviser dårligere smussfjernelsesresultater enn eksemplene 5 og 6 som er representative for vaskemidlet ifølge oppfinnelsen.

15 Vaskemidlet ifølge oppfinnelsen er også egnet for vasking av tøy dersom sterk skumning er ønsket, som tilfellet er ved vasking for hånd.

20 Rensemaffen overfor oljeaktig smuss, bedømt ved sammenlignende renseeffektivitet for tøy, er vist i Tabell 6. En rekke Dacron®/bomullskluter med et tekstilinnhold av 65/35 tilsmusses med 3 dråper av de følgende smuss på de enkelte kluter som merkes i overensstemmelse hermed:

1. O/T/E - oleinsyre/"Triolene"/"Eicogene"
2. DMO - skitten motorolje
3. Hudfett - Spanglers hudfett
- 25 4. "Nujol" - mineralolje.

30 Klutene vaskes i en tergotometerpøs som inneholder 0,96 g vaskemiddel pr. liter ledningsvann ved værelsetemperatur, i ti minutter. Klutene blir fjernet fra pøsen og skylt med kaldt vann og tørket i et tørkeapparat, og refleksjonen, Rd, for hver klut blir avlest under anvendelse av en computer av typen Macbeth eller Radio Shack. Høye Rd-verdier antyder bedre vaskekraft, og i alminnelighet er en forskjell på ca. 2 Rd-enheter signifikant fordi denne kan oppdages av øyet.

163962

18

Tabell 6

6

Vaskekraft overfor oljessmuss

	<u>Vaskemiddel</u>	<u>Rd</u>			
		<u>Hudfett</u>	<u>DMO</u>	<u>O/T/E</u>	<u>"Nujol"</u>
10	1. Typisk klesvaskevæske, kvalitet A 32/7 ¹¹ /N25-7 ¹¹ /LDBS ¹²	76.1	41.1	61.6	69.2
15	2. Typisk klesvaskevæske, kvalitet B 18/16/1 AEOS (2)/LDBS/CDEA ¹³	73.7	43.5	62.0	67.6
	3. 16/6/4/3 N23-6.5/ALS/BE/LMMEA	73.3	40.03	65.7	70.0
20	4. 16/6/4/3 N91-8/ALS/BE/LMMEA	74.4	41.4	65.4	70.0
	5. 16/10/3 N91-8/LDBS/LMMEA	72.5	42.3	62.0	67.9
	6. 16/10/3 N91-8/LTBS/LMMEA	72.2	43.7	62.0	68.4
25	7. 16/6/4/3 N91-8/ALS/BE/LMDEA	72.7	39.3	64.7	68.3
	8. 16/10/3 N91-8/AEOS(3)/LMMEA	71.8	38.8	61.1	68.2

30

¹¹ "Neodol"-ethoxylat inneholdende 7 ethylenoxydgrupper pr.
molekyl alifatisk C₁₂-C₁₅-alkohol

¹² Lineært natriumdodecylbenzensulfat

35

¹³ Kokosdiethanolamid

Denne tabell viser klart den overlegne vaskekraft til vaskemidlene ifølge eksemplene 3, 4 og 7 som er representative for den foreliggende oppfinnelse, overfor O/T/E og "Nujol"-smuss såvel som den sammenlignende vaskekraft overfor hudfett

og DMO/smuss til tross for en mindre samlet konsentrasjon av aktivt tensid enn i handelstilgjengelige vaskemidler (dvs. 29% ifølge eksemplene 3, 4 og 7 sammenlignet med henholdsvis 39% og 33% i henhold til eksemplene 1 og 2). Det skal også 5 bemerkes at utelatelsen av betainet fra de foreliggende vaskemidler (eksemplene 5 og 6) gir dårligere vaskekraftresultater overfor hudfett, O/T/E og "Nujol"-smuss. Anvendelsen av ethoxylerte ethersulfater som er utelukket fra gruppen av 10 anioniske overflateaktive midler som anvendes i vaskemidlene ifølge oppfinnelsen, gir dårligere vaskemidler enn vaskemidlene ifølge oppfinnelsen.

De fire vesentlige bestanddeler som er omtalt ovenfor, 15 oppløseliggjøres i et veldig medium som omfatter vann og oppløseliggjørende bestanddeler av C₂-C₃-mono- og -dihydroxyalkanoler, f.eks. ethanol, isopropanol eller propylenglycol, eller vannoppløselige salter av benzensulfonathydrotroper substituert med C₁-C₃-alkyl, f.eks. natriumxylensulfonat, natriumcumensulfonat eller kaliumtoluensulfonat, eller blandinger av de nevnte C₂-C₃-alkanoler og de 20 nevnte C₁-C₃-alkylsubstituerte benzensulfonater. Egnede vannoppløselige hydrotrope salter innbefatter natrium-, kalium-, ammonium- eller mono-, di- eller triethanolammonium-salter. Selv om det vandige medium primært er vann, innbefattes de nevnte oppløseliggjørende midler for 25 å regulere det flytende vaskemiddels viskositet og for å regulere slørethet-klarhetsegenskapene ved lav temperatur. Det er som regel ønskelig å opprettholde klarheten inntil en temperatur av 5-10°C. Andelen av oppløseliggjørende middel er derfor 1-15, fortrinnsvis 2-12, og 30 mest foretrukket 3-8, vekt% av vaskemidlet, idet andelen av ethanol dersom den er tilstede, er 5 vekt% eller derunder for å få et vaskemiddel med et flammpunkt over 46°C. Den oppløseliggjørende bestanddel vil fortrinnsvis være en blanding 35 av ethanol og natriumxylensulfonat eller natriumcumensulfonat eller en blanding av de nevnte sulfonater.

De ovenstående oppløseliggjørende bestanddeler letter også fremstillingen av vaskemidlene ifølge oppfinnelsen fordi disse er tilbøyelige til å hemme geldannelse.

En foretrukken valgfri bestanddel i de foreliggende vaskemidler er et vannoppløselig natrium-, kalium- eller triethanolammoniumformiat. Formiatsaltene er tilbøyelige til å hemme irreversibel geldannelse i det ferdige flytende vaskemiddel når temperaturen reduseres til 5-8°C. Koncentrasjonen av formiatet vil i alminnelighet være 0,5-6, fortrinnsvis 1-5, vekt% av det ikke-ioniske flytende vaske-
middel.

Foruten de tidligere nevnte vesentlige og valgfrie bestanddeler i det flytende finvaskemiddel kan det også anvendes normale og vanlige hjelpeertilsetningsmidler forutsatt at disse ikke uheldig innvirker på vaskemidlets egenskaper. Det kan således anvendes forskjellige farvemidler og parfymer, absorpsjonsmidler for ultrafiolett lys, som de som selges under varemerket "Uvinul", sekvestreringsmidler som ethylen-diamintetraacetater, magnesiumsulfatheptahydrat, konserveringsmidler som formaldehyd eller hydrogenperoxyd, perlemors-glans-fremkallende midler og opasifiseringsmidler eller pH-modifiseringsmidler etc.

Mengden av slike hjelpeertilsetningsmaterialer vil samlet normalt ikke overskride 15 vekt% av vaskemidlet, og de prosentuelle mengder av de fleste slike enkeltkomponenter vil maksimalt utgjøre 5 vekt%, og fortrinnsvis mindre enn 2 vekt%.

De foreliggende flytende finvaskemidler basert på ikke-ionisk overflateaktivt middel, som for eksempel flytende oppvaskmidler, kan lett fremstilles ved hjelp av enkle blandemetoder ut fra lett tilgjengelige komponenter som ved lagring ikke uheldig vil påvirke det samlede vaskemiddel. Det foretrekkes imidlertid at det ikke-ioniske overflateaktive middel blandes med de oppløseliggjørende bestanddeler, f.eks. ethanol og natriumxylensulfonat, før tilsetning av vannet for derved å hindre en mulig geldannelse. Systemet av overflateaktive midler som er basert på et ikke-ionisk overflateaktivt middel, fremstilles ved i rekkefølge og under omrøring å tilsette det anioniske overflateaktive middel, betainet og ethanolamidet til det ikke-ioniske overflateaktive middel som på forhånd er blitt blandet med et

oppløseliggjørende middel, som ethylalkohol og/eller natriumxylensulfonat, for å lette oppløseliggjørelsen av de nevnte overflateaktive midler, hvorefter oppskriftsmengden av vann tilsettes under omrøring slik at det dannes en veldig opp-
5 løsning av systemet av overflateaktive midler som er basert på et ikke-ionisk overflateaktivt middel. Konsentrasjonen av fettsyrealkanolamid kan forårsake blakning av vaskemidlene ved temperaturer under værelsetemperatur, og dette kan rettes opp ved å øke konsentrasjonen av natriumxylensul-
10 fonatet og/eller ethylalkoholinnholdet. Anvendelse av mild oppvarming (opp til 100°C) letter oppløseliggjørelsen av de overflateaktive midler. Viskositetene kan reguleres ved å forandre den samlede prosentuelle mengde av aktive be-
standdeler. Som regel blir intet fortykningsmiddel tilsatt,
15 men fortykningsmidler kan tilsettes dersom det er ønskelig å oppnå væsker med høyere viskositet. I alle slike til-
feller vil det fremstilte produkt kunne hellas ut av en flaske med forholdsvis trang munning (diameter 1,5 cm) eller
20 åpning, og vaskemidlets viskositet vil ikke være så lav at vaskemidlet ligner på vann. Vaskemidlets viskositet er for-
trinnsvis minst 100 centipoise ved værelsetemperatur, men den kan være opp til 1000 centipoise, målt med et Brookfield-
viskosimeter ved anvendelse av spindel nr. 1 som roterer med
25 12 omdreininger pr. minutt. Vaskemidlets viskositet kan være tilnærmet lik viskositeten for kommersielt akseptable vaskemidler som for tiden er markedsført. Vaskemidlets viskositet og selve vaskemidlet holder seg stabilt ved lagring i lengre tid uten farveforandringer eller bunnutskillelse
30 av uoppløselige materialer. Vaskemidlets pH er i det vesentlige nøytral, f.eks. 6-8, fortrinnsvis ca. 7,5.

Disse produkter har uventet ønskelige egenskaper. For eksempel er skumkvaliteten og rensekraften lik eller bedre enn for standard flytende finvaskemidler selv om det anvendes et ikke-ionisk overflateaktivt middel som det primære over-
35 planeaktive middel og minimale mengder av anionisk overflate-aktivt middel, hvorved fås et mildt, ikke-irriterende, flytende vaskemiddel.

Mildheten til de foreliggende vaskemidler som er basert

på et ikke-ionisk overflateaktivt middel, er tydelig vist i Tabellene 7 og 8 ved resultatene oppnådd ved hudirritasjons-prøvningen *in vivo* foretatt på marsvin.

Ved marsvinprøvningen blir maven barbert ett døgn før prøvningen igangsettes, en egnet konsentrasjon av produktet i vann innen området 0,5-20% velges for prøvningen, og 1 cm³ av prøvningsoppløsningen påføres på to adskilte områder på 0,45 cm² på forsøksdyrets barberte mave. Dette område dekkes med en lapp som fjernes etter fire timer. Den ovenfor beskrevne metode gjentas det annet og det tredje døgn under anvendelse av forskjellige steder på dyrets mave. Det sjette døgn blir eventuelt hår som har vokst, fjernet med et kommersielt hårfjernelsesprodukt, og forsøksdyret blir omhyggelig skylt med vann og tørket. Fire timer senere blir hvert av prøvestedene bedømt av en trenet person for å fastslå irritasjon, dvs. avflassing, rødhet, sprekkdannelse og synlige sår, i henhold til en skala fra 0-4. Et poengtall av 0 svarer til ingen irritasjon, og et poengtall av 4 angir synlige sår og sprekker. Den endelige irritasjonsverdi er gjennomsnittet av seks poengtallbedømmelser. En poengtall-forskjell av 0,5 betraktes som signifikant. De vandige opplösninger av vaskemidler som anvendes for denne prøvning, inneholder 5% ethylalkohol og 7% natriumxylensulfonat (SXS) i oppskriften basert på ikke-ionisk overflateaktivt middel, og 3% SXS i oppskriften basert på anionisk overflateaktivt middel.

Tabell 7

Hudirritasjon hos marsvin

30	<u>Prøve</u>	<u>Midlere irritasjonstall</u>	
		<u>2% kons.</u>	<u>3% kons.</u>
1.	19/6/4/4,5 "Neodol 91-8"/ALS/betain/LMMEA	1,3*	2,2*
2.	Kommersielt LDLD ^b ledende mildhetetskvalitet	2,9	3,8

35 * Signifikant forskjellig fra ledende kvalitet av mildt LDLD.

Tabell 8

Hudirritasjon hos marsvin

<u>Prøve</u>	<u>Midlere irritasjonstall</u>	
	<u>2% kons.</u>	<u>3% kons.</u>
5		
1. 19/6/4/5 N91-8/ALS/betain/LMMEA	2,0	2,0 **
2. 19/2/4/5 N-91-8/ALS/betain/LMMEA	0,66 **	2,0 **
10		
3. Mildt anionisk basert vaskemiddel ¹⁴	2,0	2,8

14 - 16/6/4/3 AEOS-6,5 EO/ALS/betain/LMMEA

** Signifikant forskjellig fra det milde anionisk baserte vaskemiddel (14)

15

Resultatene av denne prøvning viser klart at alle de ikke-ionisk baserte vaskemidler er betydelig mindre irriterende enn den kommersielle kvalitet som er førende hva gjelder mildhet, og det anionisk baserte vaskemiddel, idet vaske-midlet ifølge eksempel 2 (Tabell 8) som bare inneholder 2% anionisk overflateaktivt middel er det minst irriterende produkt ved en konsentrasjon av 2%.

Eksempler 1-12

	Ammoniumlauryl-	6	2	6	6	6	6	6	6	6	6	6
	(C ₁₂ -C ₁₆)-sulfat											
	Kokosamidpropyl-	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4
	dimethylbetaein											
5	Laurin/myristin-	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
	monoethanolamid											
	Ethanol	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
	Natriumxylen-	7	7	7	7	7	7	7	7	7	7	7
	sulfonat											
10	Vann	<hr/> rest <hr/>										

Det ikke-ioniske overflateaktive middel, ethanolen og natriumxylen sulfonatet blandes med hverandre inntil blandingen blir homogen og klar, ved værelsetemperatur eller ved svakt forhøyet temperatur (maksimalt 100°C). Ammoniumlaurylsulfatet, betainet og ethanolamidet blir derefter tilsatt under omrøring, etterfulgt av tilsetning av vannet, mens blandingen omrøres slik at det dannes en vandig oppløsning av det ikke-ionisk baserte system av overflateaktive midler. Dersom blakning forekommer, blir ytterligere ethanol og/eller natriumxylen sulfonat tilsatt som øyeblikkelig klarer oppløsningen.

Disse vaskemidler som er basert på ikke-ionisk overflateaktivt middel, oppviser sterke skumningsegenskaper og gir effektiv rensing. Bedømmelser ved oppvask for hånd antydet at disse vaskemidler er ekvivalente med eller bedre enn to førende flyttende oppvaskmidler når de anvendes for vasking av servise som er blitt tilsmusset med både fettstoffsmuss-middel og spaghetti saussmuss, som vist i Tabell 9.

Tabell 9Antall vaskede tallerkner

Vaskemiddel	Med fettstoff-smuss	Med spaghetti-saussmuss
5 Eksempel 1	20	41
Eksempel 2	17	27
Eksempel 3	20	38
Eksempel 4	17	32
Eksempel 5	16	27
10 Eksempel 6	17	34
Eksempel 7	15	32
Eksempel 8	16	33
Eksempel 9	16	32
Eksempel 10	18	37
15 Eksempel 11	17	31
Eksempel 12	19	38
Ledende anionisk kvalitet A ^a	16	33
Ledende anionisk kvalitet B ^b	19	29

^a og ^b, se fotnote til tabell 5

20 Andre tilfredsstillende flytende, ikke-ioniske vaske-midler er gjengitt i de nedenstående eksempler 13-15, idet vaskemidlet ifølge eksempel 13 er et spesielt foretrukket vaskemiddel.

25

Eksempel 13

Vaskemiddel	Vekt%
"Neodol 91-8"	19
Ammonium-C ₁₂ -C ₁₆ -alkylsulfat	6
Kokosamidpropylidimethylbetaein	4
30 Laurin-myristinmonoethanolamid	4
Natriumformiat	2
Natriumxylensulfonat	2,4
Natriumcumensulfonat	0,5
Ethanol	1,2
35 Magnesiumsulfatheptahydrat	1,0
Vann, parfyme, salter	<u>q.s.</u> <u>100,0</u>

Vaskemidlet ifølge eksempel 13 har en viskositet av

163962

26

225 cps ved 24°C og et blakningspunkt under 5°C og et klaringspunkt under 16°C.

Når ethanolen og natriumcumensulfonatet sløyfes fra vaskemidlet ifølge eksempel 13, øker viskositeten til 300 cps ved 24°C. Når derimot ytterligere 1% ethanol innarbeides i vaskemidlet ifølge eksempel 13, reduseres viskositeten til 115 cps.

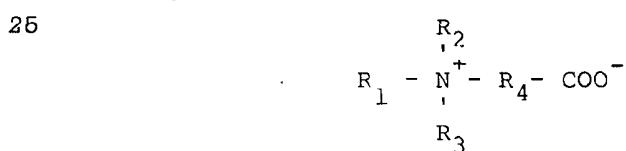
Eksempler 14-16

	<u>Vaskemiddel</u>	<u>Vekt%</u>	
		<u>14</u>	<u>15</u>
10	"Neodol 91-8"	14	16
	Ammonium-C ₁₂ -C ₁₆ -alkylsulfat	2	4
15	Kokosamidpropyltrimethylbetain	2	3
	Laurin-myristinmonoethanolamid	2	3
	Natriumxylensulfonat	1,2	1,8
	Vann, salt	<u>q.s</u>	<u>q.s</u>
		100,0	100,0

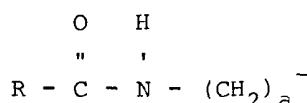
- 20 Variasjoner i de ovenstående oppskrifter kan foretas. For eksempel kan andre anioniske overflateaktive midler anvendes istedenfor ammoniumlaurylsulfatet, som for eksempel natriumlaurylsulfat, kaliumlaurylsulfat eller lineært dodecylbenzensulfonat etc. På lignende måte kan andre ethanolamider anvendes istedenfor laurin-myristinmonoethanolamidene, som for eksempel kokosmonoethanolamid, kokosdiethanolamid eller laurin-myristindieethanolamid etc. Likeledes kan andre betainer erstattet kokosamidpropylbetainet, som for eksempel kokosamidethylbetain eller kokosbetaein etc.
- 25 30 Dessuten kan mengdene av hver av bestanddelene variere innen de her angitte grenseverdier.

P a t e n t k r a v

1. Høytskummende, flytende finvaskemiddel basert på ikke-ionisk overflateaktivt middel,
- 5 karakterisert ved at det i det vesentlige består av
- (A) 8-30 vekt% av et vannoppløselig, ikke-ionisk overflateaktivt middel valgt fra gruppen bestående av a) primære og sekundære C₈-C₁₈-alkanolkondensater med 5-30 mol ethylenoxyd, b) kondensater av C₈-C₁₈-alkylfenol med 5-30 mol ethylenoxyd, c) kondensater av C₈-C₂₀-alkanol med en heterogen blanding av ethylenoxyd og propylenoxyd med et vektforhold mellom ethylenoxyd og propylenoxyd av 2,5:1-4:1 og et samlet alkyleneoxydinnhold av 60-85 vekt%, og d) kondensater av 2-30 mol ethylenoxyd med sorbitanmono- og -tri-C₁₀-C₂₀-alkansyreester med en HLB av 8-15,
- 15 (B) 1-10 vekt% av et vannoppløselig, anionisk tensid valgt fra gruppen bestående av C₈-C₁₈-alkylsulfater, C₈-C₁₆-alkylbenzensulfonater, C₁₀-C₂₀-parafinsulfonater, α-C₁₀-C₂₄-olefinsulfonater, C₈-C₁₈-alkylsulfosuccinat-ester, C₈-C₁₈-acylisethionater og C₈-C₁₈-acyltaurater,
- 20 (C) 0,5-8 vekt% av et vannoppløselig betain med den generelle formel:



25 hvori R₁ er en alkylgruppe med 10-20 carbonatomer, fortrinnsvis 12-16 carbonatomer, eller amidradikalet:



30 hvori R er en alkylgruppe med 9-19 carbonatomer og a er et helt tall fra 1 til 4, R₂ og R₃ er begge alkylgrupper med 1-3 carbonatomer, fortrinnsvis ett carbonatom, og R₄ er en alkylen- eller hydroxyalkylengruppe med 1-4 carbonatomer og eventuelt én hydroxylgruppe,

- (D) 0,5-8 vekt% av et C_{10} - C_{18} -fettsyre- C_2 - C_3 -alkanolamid som skumstabilisator, oppløseliggjort i et veldig medium,
 5 idet summen av A-D er 10-55 vekt% av vaskemidlet og det ikke-ioniske overflateaktive middel utgjør over 50 vekt% av den nevnte sum, og
 (F) 1-15 vekt% av et oppløseliggjørende middel valgt fra gruppen bestående av mono- og dihydroxy- C_2 - C_3 -alkanoler, vannoppløselige salter av C_1 - C_3 -alkylsubstituerte
 10 benzensulfonathydrotroper og blandinger derav.

2. Vaskemiddel ifølge krav 1, karakterisert ved at ethanol er tilstede i en mengde av høyst 5 vekt%.

15

3. Vaskemiddel ifølge krav 1 eller 2, karakterisert ved at det ikke-ioniske overflateaktive middel er et kondensat av en primær C_8 - C_{18} -alkanol med 5-30 mol ethylenoxyd.

20

4. Vaskemiddel ifølge krav 1-3, karakterisert ved at det anioniske tensid er valgt fra gruppen bestående av C_{12} - C_{16} -alkylsulfater, C_{10} - C_{15} -alkylbenzensulfonater, C_{13} - C_{17} -parafinsulfonater og α - C_{12} - C_{18} -olefinsulfonater.

25

5. Vaskemiddel ifølge krav 1-4, karakterisert ved at betainet er et C_9 - C_{19} -alkylamidpropyldimethylbetaein.

30

6. Vaskemiddel ifølge krav 1-5, karakterisert ved at fettsyrealkanolamidet er et C_{10} - C_{18} -mono- eller diethanolamid.

35

7. Vaskemiddel ifølge krav 1-6, karakterisert ved at det ikke-ioniske over-

· flateaktive middel er tilstede i en mengde av 13-25 vekt%,
det anioniske tensid er tilstede i en mengde av 2-8 vekt%,
betainet er tilstede i en mengde av 2-6 vekt%, og fett-
syrealkanolamidet er tilstede i en mengde av 2-6 vekt%.

5

8. Vaskemiddel ifølge krav 1-7,
k a r a k t e r i s e r t v e d at det ikke-ioniske over-
flateaktive middel er tilstede i en mengde av 16-22 vekt%,
det anioniske tensid er tilstede i en mengde av 3-6 vekt%, og
10 såvel betainet som fettsyrealkanolamidet er tilstede i en
mengde av 2-6 vekt%.

10

9. Vaskemiddel ifølge krav 1-8,
k a r a k t e r i s e r t v e d at det dessuten innbefatter
15 1-5 vekt% natrium-, kalium- eller triethanolammoniumformiat.

15

20

10. Vaskemiddel ifølge krav 1-9,
k a r a k t e r i s e r t v e d at det ikke-ioniske
tensid er et kondensat av en primær C₈-C₁₈-alkanol med 5-30
mol ethylenoxyd, det anioniske tensid er et C₁₂-C₁₆-alkyl-
sulfat, betainet er et C₉-C₁₉-alkylamidpropyldimethylbetain,
og fettsyrealkanolamidet er et monoethanolamid.

25

26

11. Fremgangsmåte ved fremstilling av et vaskemiddel ifølge
krav 1-10,
k a r a k t e r i s e r t v e d at det ikke-ioniske over-
flateaktive middel først blandes med det oppløseliggjørende
middel, hvorefter under agtering det anioniske overfla-
teaktive middel, betainet og fettsyrealkanolamidet tilsettes
30 i rekkefølge under agtering, og til slutt tilsettes, også
under agtering, oppskriftsmengden av vann for dannelse av
en vandig oppløsning av vaskemidlet basert på ikke-ionisk
overflateaktivt middel.