



NORGE

(12) **UTLEGNINGSSKRIFT**

(19) NO

(11) **172293**

(13) B

(51) Int Cl⁵ C 11 D 17/02, 3/395

Styret for det industrielle rettsvern

(21) Søknadsnr	884301	(86) Int. inng. dag og søknadsnummer	
(22) Inng. dag	28.09.88	(85) Videreføringdag	
(24) Løpedag	28.09.88	(30) Prioritet	29.09.87, US, 102205
(41) Alm. tilgj.	30.03.89		
(44) Utlegningsdato	22.03.93		

(71) Patentsøker	Colgate-Palmolive Company, 300 Park Avenue, New York, NY 10022, US
(72) Oppfinner	Fahim U. Ahmed, Dayton, NJ, US Charles E. Buck, Caldwell, NJ, US
(74) Fullmektig	Tandbergs Patentkontor AS, Oslo

(54) **Benevnelse** **Gellignende, tiksotropt, vandig, flytende vaskemiddel for automatiske oppvaskmaskiner samt anvendelse derav**

(56) **Anførte publikasjoner** Ingen

(57) **Sammendrag**

Gellignende, tiksotropt, vandig, flytende vaskemiddel for automatiske oppvaskmaskiner som omfatter vann, minst én bestanddel valgt fra gruppen bestående av organisk vaskemiddel, blekemiddel, vaskemiddelbygger, sekvestreringsmiddel, skuminhitorer og blandinger derav, fra 0,5 til 5 % av et silika-anti-filmdanningsmiddel og en tilstrekkelig mengde av det tiksotrope fortykningsmiddel til å gi en tiksotropiindeks på 2,5 - 10. Vaskemidlet gir redusert filmdannelse på servise, glasstøy, porselen og lignende, særlig i hardt vann, og forblir stabilt mot faseseparasjon.

Foreliggende oppfinnelse vedrører et gellignende, tiksotropt, vandig, flytende vaskemiddel for automatiske oppvaskmaskiner samt anvendelse av vaskemidlet til oppvask i automatiske oppvaskmaskiner. Oppvaskmidlet anvendes til rengjøring av servise, glasstøy, porselen og lignende. Oppvaskmidlet inneholder silika som anti-filmdanningsmiddel, uorganiske byggersalter, klorblekemiddel, blekestabilt vaskemiddel og et tiksotropt fortykningsmiddel.

Oppvaskmidlet ifølge foreliggende oppfinnelse reduserer filmdannelse på servise, glasstøy, porselen og lignende, særlig i hårdt vann, og forblir stabilt mot faseseparasjon.

Vaskemidlene krever ikke et tilsatt skyllehjelpemiddel, er stabile ved lagring, danner ikke bunnfall og er lett redispergerbare og hellbare.

Vaskemidlet ifølge oppfinnelsen utgjør en tiksotrop, vandig suspensjon med forbedret fysisk stabilitet. I vaskemidlet anvendes langkjedede fettsyrer, metallsalter av fettsyrer og leire som tiksotrope midler for dannelse av stabile, gellignende, flytende suspensjoner som er egnet for anvendelse som flytende vaskemidler for automatiske oppvaskmaskiner.

Foreliggende oppfinnelse vedrører særlig vandige, flytende vaskemidler for automatiske oppvaskmaskiner som har tiksotrope egenskaper, forbedrede egenskaper med hensyn til anti-filmdannelse og fysisk stabilitet, og som er lett dispergerbare i vaskemediet slik at det fås effektiv rengjøring av servise, glasstøy, porselen og lignende.

Kommersielt tilgjengelige oppvaskmidler for husholdningsmaskiner tilveiebragt i pulverform har flere ulemper, for eksempel ujevn sammensetning, kostbare operasjoner nødvendige ved fremstillingen, tilbøyelighet til sammenklumping ved lagring ved høye fuktigheter, noe som resulterer i dannelsen av klumper som er vanskelig å dispergere, støvethet, en kilde for særlig irritasjon for brukere som lider av allergier, og tilbøyelighet til å danne klumper i oppvaskmaskinens dispenser. Flytende former av oppvaskmidler kan imidlertid gene-

relt ikke anvendes i automatiske oppvaskmaskiner på grunn av høye skumnivåer, uakseptabelt lave viskositeter og svært høy alkalitet.

I tillegg krever de for tiden anvendte pulverformige vaskemidler ofte et separat trinn med håndklegning og -tørking av servise, glasstøy, porselen og lignende for å unngå å etterlate uønskede spor eller film av utfelte kalsium- og magnesiumsalter. Anvendelsen av flytende vaskemidler byr på andre problemer. Byggersaltene faller ut ved lagring og redispergeres ikke lett. Blandingene blir også ofte tykkere ved lagring og er ikke lett hellbare.

Nyere forskning og -utviklingsaktivitet har fokusert på gelformen eller den "tikso trope" form av slike blandinger, og slike blandinger har imidlertid generelt vist seg å være utilstrekkelig viskøse til å forbli "forankret" i dispenserbeholderen til oppvaskmaskinen, og gir dessuten flekkrester på servise, glasstøy, porselen og lignende. Ideelt bør tiksotrope rengjøringsblandinger være høyviskøse i en hvilende tilstand, Bingham-plastiske av natur og ha forholdsvis høye flytespenninger. Når de imidlertid utsettes for skjærspenninger, slik som risting i en beholder eller utklemming gjennom en åpning, bør de hurtig fluidisere og, etter avslutning av den påførte skjærspenning, hurtig vende tilbake til høy viskositet/Bingham-plastisk tilstand. Stabilitet er likeledes av stor viktighet, dvs. at det bør ikke være noe tydelig tegn på faseseparasjon eller utsiving etter lang henstand.

For effektiv bruk er det generelt anbefalt at vaskemidlet for automatiske oppvaskmaskiner, heretter også betegnet ADD, inneholder (1) natriumtripolyfosfat (NaTPP) for å bløtgjøre eller løse opp mineraler i hardt vann, og for å emulgere og/eller peptisere smuss, (2) natriumsilikat for å tilføre den alkalitet som er nødvendig for effektiv vaskevirkning, og for å gi beskyttelse for glasur og mønster på fint porselen, (3) natriumcarbonat, generelt betraktet som en eventualitet, for å øke alkalitet, (4) et klorfrigjørende middel for å hjelpe til i elimineringen av smussflekker som fører til vannflekking, og (5) avskummer/overflateaktivt middel for å redusere skum, hvorved maskineffektiviteten økes og nødvendig vaskevirkning

tilføres. Se for eksempel SDA Detergents in Depth, "Formulations Aspects of machine Dishwashing", Thomas Oberle (1974). Vaskemidler som kommer opp mot de ovenfor beskrevne blandinger, er for det meste væsker eller pulvere. Generelt er det i slike blandinger utelatt hypoklorittblekemiddel ettersom det er tilbøyelig til å reagere med andre kjemiske bestanddeler, særlig overflateaktivt middel, hvorved det oppslemmende eller tiksotrope middel brytes ned og dets effektivitet svekkes.

I US patentskrift nr. 3 985 668 er beskrevet slipende skuremidler av gellignende konsistens som inneholder (1) oppslemmingsmiddel, fortrinnsvis smektitt- og attapulgitttyper av leire (2) abrasjonsmiddel, f.eks. silikasand eller perlitt, og (3) fyllstoff som omfatter polymerer i pulverform med lav densitet, ekspandert perlitt og lignende, som har en oppdrift og derved stabiliserende effekt på blandingen i tillegg til å tjene som et volumgivende middel, hvorved vann som ellers ville være tilgjengelig for dannelse av uønsket supernatantlag på grunn av utsiving og fasedestabilisering, forenges.

Det ovenfor nevnte er de vesentlige bestanddeler. Eventuelle bestanddeler omfatter hypoklorittblekemiddel, blekemiddelstabilisert overflateaktivt middel og buffer, f.eks. silikater, carbonater og monofosfater. Byggere, slik som NaTPP, kan være inkludert som ytterligere eventuelle bestanddeler for å gi eller supplere byggende funksjon som ikke tilveiebringes av bufferen, idet mengden av slik bygger ikke overskrider 5 % av hele blandingen ifølge patentskriftet. Opprettholdelse av de ønskede (større enn) pH 10-nivåer oppnås ved hjelp av buffer/byggerbestanddelene. Høy pH hevdes å minimalisere dekomponering av klorblekemiddel og uønsket reaksjon mellom overflateaktivt middel og blekemiddel. Når NaTPP er tilstede, er den begrenset til 5 %, som angitt. Skumdemper er ikke beskrevet.

I GB patentsøknader nr. 2 116 199A og 2 140 450A er det beskrevet flytende ADD-blandinger med egenskaper som på ønskelig måte kjennetegner tiksotrop struktur av geltype og som omfatter hver av de forskjellige bestanddelene som er nødvendige for effektiv vaskevirkning i en automatisk oppvaskmaskin. Det normalt gellignende, vandige vaskemiddel for automatiske oppvaskmaskiner som har tiksotrope egenskaper, omfatter følgende bestanddeler på vektbasis:

- (a) 5 - 35 % alkalimetalltripolyfosfat,
- (b) 2,5 - 20 % natriumsilikat,
- (c) 0 - 9 % alkalimetallcarbonat,
- (d) 0,1 - 5 % klorblekemiddelstabil, vanddisperger-
5 bart, organisk vaskemiddelaktivt materiale,
- (e) 0 - 5 % klorblekemiddelstabil skumdemper,
- (f) klorblekemiddelforbindelse i en mengde som gir
ca. 0,2 - 4 % tilgjengelig klor,
- (g) tiksotropt fortykningsmiddel i en tilstrekkelig
10 mengde til å gi blandingen med tiksotropi-indeks på ca. 2,5 -
10, og
- (h) natriumhydroxyd etter behov, ved å regulere pH.

ADD-blandinger som er sammensatt på denne måte, er lavtskummende, lett oppløselige i vaskemediet og mest effektive
15 ved pH-verdier som best bidrar til forbedret vaskeytelse, dvs. pH 10,5 - 13,5. Blandingene har normalt gelkonsistens, dvs. et høyviskøst, opakt gellignende materiale med Bingham-
plastisk karakter og således forholdsvis høye flytespenninger. Følgelig er det nødvendig med en bestemt skjærkraft for å
20 starte opp eller øke strømming, noe som ville bli oppnådd i den omrørte dispenserbeholder til en igangsatt automatisk oppvaskmaskin. Under slike betingelser fluidiseres blandingen
hurtig og dispergeres lett. Når skjærkraften avbrytes, vender væskeblandingen hurtig tilbake til en høy viskositet, Bingham-
25 plastisk tilstand som kommer nært opp til dens tidligere konsistens.

I US patentskrift nr. 4 511 487 er det beskrevet en lavtskummende vaskemiddelpasta for oppvaskmaskiner. Blanding
er basert på en blanding av fint oppdelt hydratisert natrium-
30 metasilikat, en aktiv klorforbindelse og et fortykningsmiddel som er et skifret silikat av hectorittypen. Små mengder ikke-ioniske tensider og alkalimetallcarbonater og/eller hydroxyder kan anvendes.

Det vises også til det beslektede GB patentskrift nr.
35 2.185.037. I dette patentskrift beskrives det et tiksotropt, vandig vaskemiddel for automatiske oppvaskmaskiner som inneholder en langkjedet fettsyre som et tiksotropt fortykningsmiddel.

De tiksotrope, vandige, flytende vaskemidler ifølge foreliggende oppfinnelse overvinner mange av problemene innen teknikkens stand som er forbundet med pulver- og flytende vaskemidler. På grunn av tilsetningen av en liten effektiv 5 mengde av silika-anti-filmdanningsmiddel til blandingen, er det ikke nødvendig med et tilsatt skyllehjelpemiddel, og det er ikke nødvendig med håndklegning og -tørking for å oppnå tørre, skinnende rene serviser, glass, kopper og spisebestikk. Det tiksotrope, vandige, flytende vaskemiddel har tilleggsfor- 10 delene ved å være stabilt, ikke-bunnfellende ved lagring og lett redispergerbart. Det flytende vaskemiddel ifølge den foreliggende oppfinnelse er lett hellbart, lett utmålbart og lett å plassere i oppvaskmaskinene.

En ytterligere og uventet fordel ved å tilsette 15 silika-anti-filmdanningsmidler til vaskemiddelblanding, er at silikaen hindrer dannelse av brun farge i oppvaskmaskinen. Den brune farge dannes ved avsetning i oppvaskmaskinen av jern- og/eller manganoksyder. Dannelsen av brunfarge er et særlig alvorlig problem i områder med hardt vann. Silikaen i blandingen virker på jernet og/eller manganet i vaskevannet slik 20 at avsetning i form av jern- og/eller manganoksyder i oppvaskmaskinen forhindres.

Det er et formål ved den foreliggende oppfinnelse å tilveiebringe et tiksotropt, vandig, flytende vaskemiddel for 25 automatiske oppvaskmaskiner som har forbedrede anti-filmdanningssegenskaper.

Det er et annet formål ved oppfinnelsen å tilveiebringe et tiksotropt, vandig, flytende vaskemiddel som er stabilt ved lagring, lett hellbart og lett dispergerbart i opp- 30 vaskvannet. Et tiksotropt, vandig, flytende vaskemiddel ifølge oppfinnelsen hvori det ikke er tilsatt eller påkrevet med et eget skyllehjelpemiddel, anvendes ved vasking av servise, glass- tøy, porselen og lignende i en automatisk oppvaskmaskin.

Ved vasking av servise, glasstøy, porselen og lig- 35 nende i automatiske oppvaskmaskiner under anvendelse av et vandig, flytende vaskemiddel ifølge oppfinnelsen maskintørkes serviset, glasstøyet, porselenet og lignende uten at det etterlates spor eller en film.

Det er et ytterligere formål ved oppfinnelsen å tilveiebringe stabile, vandige, tiksotrope, flytende blandinger, spesielt vaskemidler for automatiske oppvaskmaskiner, ved å inkorporere i den vandige suspensjon en liten effektiv mengde av et silika-anti-filmdannelsesmiddel. Det tilsettes også en mindre mengde fettsyre, metallsalt av en fettsyre og/eller et tiksotropt fortykningsmiddel av leire som effektivt hindrer utfelling av de oppslemmede partikler og forhindrer faseseparasjon.

Disse og andre formål ved oppfinnelsen som lettere vil forstås ut fra den følgende nærmere beskrivelse av oppfinnelsen, og de foretrukne utførelsesformer derav, oppnås ved å inkorporere i et vandig flytende vaskemiddel en liten men effektiv mengde av et anti-filmdanningsmiddel av silika. Den fysiske stabilitet til blandingen forbedres ved tilsetningen av en fettsyre, et metallsalt av en fettsyre og/eller et tiksotropt fortykningsmiddel av leire. Nærmere bestemt tilveiebringes det ifølge foreliggende oppfinnelse et gellignende vaskemiddel for automatiske oppvaskmaskiner hvori det er inkorporert fra 0,5 til 5 % av et anti-filmdanningsmiddel av silika. Anti-filmdanningsmidlet av silika har en partikkelstørrelse på 0,1 - 10 μm . Videre tilsettes det til blandingen en tilstrekkelig mengde av et tiksotropt fortykningsmiddel til å gi en tiksotropiindeks på 2,5 - 10, og for å hindre utfelling av de oppslemmede partikler, slik som alkali-metallbyggersalter etc.

I henhold til dette tilveiebringer foreliggende oppfinnelse et gellignende, tiksotropt, vandig, flytende vaskemiddel for automatiske oppvaskmaskiner som er kjennetegnet ved at det på vektbasis omfatter:

- (a) 5 - 35 % vaskemiddelbygger,
- (b) 2,5 - 40 % natriumsilikat,
- (c) 0,5 - 5 % silika som anti-filmdanningsmiddel med en partikkelstørrelse på 0,1 - 10 mikrometer,
- (d) 0 - 9 % alkalimetallcarbonat,
- (e) 0,1 - 5 % klorblekemiddelstabilisert, vandispergerbart, organisk, vaskemiddelaktivt materiale,

- (f) 0 - 5 % klorblekemiddelstabil skumdemper,
- (g) klorblekemiddelforbindelse i en mengde som gir 0,2 - 4 % tilgjengelig klor,
- (h) en tilstrekkelig mengde av et tiksotroppt fortykningsmiddel til å gi en tiksotropiindeks på 2,5 - 10,
- (i) 0 - 8 % natriumhydroxyd og
- (j) resten vann.

Ifølge oppfinnelsen anvendes det gellignende, tiksotrope, vandige, flytende vaskemiddel til oppvask i en automatisk oppvaskmaskin med et vandig vaskebad som inneholder en effektiv mengde av vaskemidlet for automatiske oppvaskmaskiner (LADD) som beskrevet ovenfor. LADD-blandingen kan lett helles inn i dispenserbeholderen til den automatiske oppvaskmaskin og vil, i løpet av bare noen få sekunder, øyeblikkelig bli fortykket til sin normale gellignende pastaaktige tilstand slik at den forblir sikkert i dispenserbeholderen inntil skjærkrefter på nytt påsettes, slik som ved hjelp av vanninnsprøytingen fra oppvaskmaskinen.

Oppfinnelsen vil nedenunder bli beskrevet nærmere ved hjelp av bestemte utførelsesformer derav.

LADD-produktene ifølge for eksempel den tidligere beskrivelse i de tidligere nevnte GB-søknader nr. 2 116 199A og 2 140 450A, utviser rheologiske egenskaper evaluert ved å teste produktviskositet som en funksjon av skjærhastighet. Blandingene utviste høyere viskositet ved en lav skjærhastighet og lavere viskositet ved en høy skjærhastighet, idet dataene indikerer effektiv fluidisering og geldannelse godt innenfor de skjærhastigheter som foreligger i oppvaskmaskiner av standardtype. I praksis betyr dette forbedrede egenskaper med hensyn til helling og behandling, samt mindre utsiving i maskinens dispenserbeholder, sammenlignet med tidligere kjente flytende eller gel-ADD-produkter. For påsatte skjærhastigheter svarende til 3 til 30 ppm, varierte viskositeten (Brookfield) tilsvarende fra ca. 10 000 - 30 000 cps til ca. 3000 - 7000 cps, målt ved værelsetemperatur ved hjelp av et LVT-Brookfield viskosimeter etter 3 minutter under anvendelse av en spindel nr.

4. En skjærhastighet på $7,4 \text{ sekunder}^{-1}$ svarer til en spindel-
rpm på ca. 3. En omtrentlig 10-ganger økning i skjærhastighet
gir ca. en 3- til 9-gangers reduksjon i viskositet. Blandin-
gene ifølge de ovenfor nevnte GB patentsøknader utviser således
5 terskelfluidiseringer ved lavere skjærhastigheter og med
betydelig større utstrekning når det gjelder trinnvise økninger
i skjærhastighet i forhold til trinnvis reduksjon i viskositet.
Denne egenskap ved LADD-produktene ifølge den tidligere oppfin-
nelse er oppsummert ved hjelp av en tiksotropiindeks (TI) som
10 er forholdet mellom den tilsynelatende viskositet ved 3 rpm og
ved 30 rpm. Blandingene ifølge den tidligere oppfinnelse har
en TI på 2 - 10. LADD-blandingene burde vise vesentlig og
hurtig tilbakevending til tidligere konsistens i hvilende til-
stand når skjærkraften avbrytes.

15 Når det gjelder tilsynelatende viskositet, er det
blitt bekreftet at så lenge viskositeten ved værelsetemperatur
($22 \pm 1^\circ \text{C}$) målt i et Brookfield viskosimeter HATD, under an-
vendelse av en spindel nr. 4 ved 20 rpm, er mindre enn ca.
20 000 cps, kan blandingen lett ristes slik at en tiksotrop
20 blanding lett kan "fluidiseres" eller "flytendegjøres", noe
som gjør det mulig for produktet å bli dispensert gjennom en
vanlig utklemmingsflaske eller annen passende dispenser.

Foreliggende oppfinnelse er basert på den overras-
kende oppdagelse at det kan oppnås vesentlig forbedrede anti-
25 filmdanningssegenskaper ved å tilsette til det
tikstroppe, vandige, flytende vaskemiddel en liten effektiv
mengde av et anti-filmdanningsmiddel av silika. Den fysiske
stabilitet, dvs. motstandsevnen mot faseparasjon, bunnfelling,
etc., kan oppnås ved å tilsette til blandingen en liten effek-
30 tiv mengde av et tiksotropt fortykningsmiddel og stabiliserings-
middel.

Anti-filmdanningsmidler

Anti-filmdanningsmidlet av silika-materialer som kan
35 anvendes, er avdampet eller utfelt syntetisk eller naturlig
silika. Silikaen kan være amorf eller krystallinsk.

Silikamaterialet som anvendes kan inneholde opp til
0,1 - 5 % alumina (Al_2O_3), vanligvis opp til 0,5 - 3 %, og mer

vanlig ca. 1 % alumina, basert på vekten av silika.

Et foretrukket silikamateriale er Syloid® 244 som er amorf silika og som har en partikkelstørrelse på ca. 4 mikrometer. Et annet egnet silikamateriale er "Silox" 15 som også har en partikkelstørrelse på ca. 4 mikrometer.

Et annet foreliggende silikamateriale er Huber® Zeo 49 som er amorf silika og som inneholder ca. 1 % alumina (Al_2O_3). Tilstedeværelsen av så lite som 1 % Al_2O_3 er funnet å hjelpe til å redusere hydrolysen og påfølgende oppløselighet av silika i det høyalkaliske vaskemiddel for oppvaskmaskiner.

Partikkelstørrelsen til silikamaterialet som anvendes, er viktig når det gjelder å oppnå de ønskede egenskaper med hensyn til anti-filmdannelse.

Silikapartiklene som anvendes er fint oppdelte og har en partikkelstørrelse på 0,10 - 10 mikrometer, fortrinnsvis 0,50 - 8 mikrometer, og helst 1,0 - 5,0 mikrometer. Silikapartiklene med denne størrelse og den mengde som her er anvendt, er ikke slipende.

De fint oppdelte silikamaterialpartikler i oppvaskvannet virker til å koagulere proteinholdige partikulære smuss og holde dem i oppslemming for å forhindre dem fra å avsettes på rent glass og servise.

Mengden av anti-filmdanningsmiddel av silika som kan anvendes for å oppnå den ønskede forbedring under hensyn til filmdannelse, avhenger av vannets hardhet, den vaskemiddelaktive forbindelse, de uorganiske salter og andre ADD-bestanddel. Anti-filmdanningsmidlet av silika er særlig effektivt i hardt vaskevann med for eksempel 300 ppm hardhet eller mer.

Mengden av silika-anti-filmdanningsmiddel som anvendes kan være 0,5 - 5 vekt%, fortrinnsvis 1 - 4 vekt% og helst 1,5 - 3 vekt% basert på vekten av hele blandingen.

Tiksotrope fortykningsmidler

De tiksotrope fortykningsmidler eller oppslemmingsmidler som kan anvendes i overensstemmelse med foreliggende oppfinnelse for å gi det vandige medium tiksotrope egenskaper kan være organiske materialer, for eksempel fettsyre eller flerverdige metallsalter av fettsyre eller uorganiske kolloi-

dale leirer. De tiksotrope fortykningsmidler bør være stabile for høy alkalitet og stabile overfor klorblekemiddelforbindelser, slik som natriumhypokloritt. De foretrukne tiksotrope fortykningsmidler omfatter fettsyre, de flerverdige metallsaltene av fettsyrer og de uorganiske, kolloiddannende leirer av smektitt og/eller attapulgittyper. Mengden av tiksotropt fortykningsmiddel som anvendes, vil avhenge av det bestemte fortykningsmiddel som anvendes, men det tilsettes tilstrekkelig med fortykningsmiddel i blandingen til at den får en tiksotropiindeks på 2,5 - 10.

De foretrukne tiksotrope fortykningsmidler av fettsyre er de høyere alifatiske fett-monocarboxylsyrer med fra 8 til 22 carbonatomer, helst fra 10 til 20 carbonatomer, og spesielt foretrukket fra 12 til 18 carbonatomer, inkludert carbonatomet i fettsyrens carboxylgruppe. Det alifatiske radikal kan være mettet eller umettet, og kan være rettkjedet eller forgrenet. Rettkjedede, mettede fettsyrer er foretrukket. Blandinger av fettsyrer kan anvendes, slik som de som er utvunnet fra naturkilder, slik som talgfettsyre, kokosfettsyre, soyafettsyre, etc., eller fra syntetiske kilder som er tilgjengelige fra industrielle fremstillingsprosesser.

Eksempler på fettsyrene som kan anvendes som fortykningsmidler, omfatter således for eksempel decansyre, laurinsyre, dodecansyre, palmitinsyre, myristinsyre, stearinsyre, oljesyre, eicosansyre, talgfettsyre, kokosfettsyre, soyafettsyre og blandinger av disse syrene. Stearinsyre og blandede fettsyrer, f.eks. kokosfettsyre, er foretrukket.

Mengden av fettsyrefortykningmidlet som skal til for å oppnå de ønskede verdier for tiksotropi og fysisk stabilitet, vil avhenge av slike faktorer som egenskapene til fettsyren, den vaskeaktive forbindelse, de uorganiske salter, spesielt TPP, de øvrige LADD-bestanddelene, samt de forventede lagrings- og transportbetingelser.

Mengdene av fettsyrefortykningmidlet som kan anvendes, er imidlertid generelt i området fra 0,03 til 0,5 %, fortrinnsvis fra 0,03 til 0,2 %, spesielt foretrukket fra 0,05 til 0,15 %, hvilket gir den ønskede langvarige stabilitet og fravær av faseseparasjon.

De flerverdige metallsaltene av de ovenfor nevnte fettsyrer kan også anvendes i foreliggende oppfinnelse som tiksotrope fortykningsmidler. Egnede tiksotrope fortykningsmidler av metallsalter er beskrevet i US patentskrift nr. 4.752.409.

De foretrukne metaller er de flerverdige metaller, slik som magnesium, calcium, aluminium og sink.

Generelt kan metallene være tilstede i den toverdige til femverdige tilstand. Fortrinnsvis anvendes metallsaltene i sine høyere oxydasjonstilstander. For LADD-blandingene, likeså vel som for alle andre anvendelser hvor blandingen ifølge oppfinnelsen vil eller kan komme i kontakt med gjenstander som anvendes til håndtering, lagring eller servering av matvareprodukter, eller som på annen måte kan komme i kontakt med eller bli konsumert av folk eller dyr, gjelder det naturligvis at metallsaltet bør utvelges ved å ta i betraktning toksisiteten til metallet. For dette formål er calcium- og magnesiumsaltene spesielt svært foretrukket som generelt sikre matvareadditiver.

Mange av disse metallsalter er kommersielt tilgjengelige. For eksempel er aluminiumsaltene tilgjengelige i trisyreform, f.eks. aluminiumstearat som aluminiumtristearat, $\text{Al}(\text{C}_{17}\text{H}_{35}\text{COO})_3$. Monosyresaltene, f.eks. aluminiummonostearat, $\text{Al}(\text{OH})_2(\text{C}_{17}\text{H}_{35}\text{COO})$ og disyresaltene, f.eks. aluminiumdistearat, $\text{Al}(\text{OH})(\text{C}_{17}\text{H}_{35}\text{COO})_2$, og blandinger av to eller tre av mono-, di- og trisyresaltene, kan anvendes for de metaller, f.eks. Al, som har valenser på +3, og blandinger av mono- og disyresaltene kan anvendes for disse metaller, f.eks. Zn, som har valenser på +2. Det er mer foretrukket å anvende i overveiende mengder de syresaltene av metallene med valens +2 og trisyresaltene av metaller med valens +3, tetrasyresaltene av metaller med valens +4 og pentasyresalter av metallene med valens +5. For eksempel bør minst 30 %, fortrinnsvis minst 50 %, særlig foretrukket fra 80 til 100 %, av det totale innhold av metallsalt være i den høyest mulige oxydasjonstilstand, dvs. at hvert enkelt av de mulige valenssteder er okkupert av en fettsyrerest.

Metallsaltene er som nevnt ovenfor, generelt kommersielt tilgjengelige, man kan lett fremstilles for eksempel ved

forsåpning av fettsyre, f.eks. animalsk fett, stearinsyre, etc. eller den tilsvarende fettsyreester, etterfulgt av behandling med et hydroxyd eller oxyd av det flerverdige metall, f.eks. med alun, alumina etc. i tilfellet med aluminiumsaltet.

5 Calsiumstearat, dvs. calsiumdistearat, magnesiumstearat, dvs. magnesiumdistearat, aluminiumstearat, dvs. aluminiumtristearat, og sinkstearat, dvs. sinkdistearat, er de foretrukne flerverdige fettsyresalt-stabiliseringsmidler. Blandede fettsyremetallsalter, slik som de naturlig forekom-
10 mende syrer, f.eks. kokossyre, som de blandede fettsyrer som skriver seg fra den kommersielle fremstillingsprosess, anvendes også med fordel som en billig men effektiv kilde for den langkjedede fettsyre.

Mengden av fettsyresaltstabiliseringsmidlene som
15 skal til for å oppnå den ønskede forøkning av fysisk stabilitet, vil avhenge av slike faktorer som egenskapene til fettsyresaltet, egenskapene til og mengden av det tiksotrope middel, den vaskemiddelaktive forbindelse, de uorganiske salter, spesielt TPP, de øvrige LADD-bestanddeler, samt de forventede lagrings-
20 og transportbetingelser.

Mengder av det flerverdige metallfettsyresalt som stabiliseringsmiddel i området fra ca. 0,02 til 1 %, fortrinnsvis fra 0,06 til 0,8 %, spesielt foretrukket fra 0,08 til 0,4 %, gir imidlertid generelt den langvarige stabilitet og det
25 fravær av faseseparasjon etter henstand eller under transport både ved lave og forhøyede temperaturer, som er påkrevet for et kommersielt akseptabelt produkt.

I foreliggende oppfinnelse kan det også anvendes de konvensjonelle uorganiske tiksotrope fortykningsmidler av leire.
30 Fortykningsmidlene av leire kan anvendes i små mengder i blanding med fortykningsmidlene av fettsyrer eller i blanding med fortykningsmidlene av flervalente metallsalter av fettsyre. Fortykningsmidlene av leire kan imidlertid anvendes i seg selv som de tiksotrope fortykningsmidler.

35 De foretrukne fortykningsmidler av leire omfatter de uorganiske, kolloid-dannende leirer av smektitt og/eller attapulgittpene.

Smektittleirene omfatter montmorillonitt (bentonitt), hektoritt, attapulgitt, smektitt, saponitt og lignende. Montmorillonittleirer er foretrukket og er tilgjengelige under slike handelsnavn som "Thixogel" nr. 1 og "Gelwhite" GP, H, etc., og "Eccagum" GP, H, etc. Attapulgittleirer omfatter de materialer som er kommersielt tilgjengelige under handelsnavnet "Attagel", dvs. "Attagel" 40, "Attagel" 50 og "Attagel" 150. Blandinger av smektitt- og attapulgittyper i vektforhold fra 4:1 til 1:5 kan også anvendes her. Fortyknings- eller oppslemmingsmidler av de ovenfor nevnte typer er godt kjent innen teknikken, idet det er beskrevet for eksempel i US patent nr. 3 985 668. Abrasjons- eller polerende midler bør unngås i LADD-blandingene ettersom de kan ripe opp overflaten til fint servise, krystall og lignende.

Når de anvendes i kombinasjon med fettsyrene eller de flerverdige metallsaltene av fettsyrene, anvendes de tiksotrope fortykningsmidler av leirer i mengder på 0,1 - 3 %, fortrinnsvis 0,1 - 2,5 % og helst i mengder på 0,1 - 2 %.

Når de tiksotrope fortykningsmidler av leire anvendes alene som det tiksotrope fortykningsmiddel, kan de anvendes i mengder på 1,5 - 8 vekt%, fortrinnsvis 2 - 5 vekt%, av blandingen.

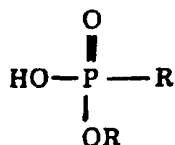
Generelt står LADD-effektiviteten i direkte forhold til (a) mengder av tilgjengelig klor, (b) alkalitet, (c) oppløselighet i væskemedium og (d) skumhinhibering. Det er her foretrukket at pH i LADD-blanding er minst 9,5, mer foretrukket fra 10,5 til 13,5 og helst minst 11,5. Ved de relativt lavere pH-verdier er LADD-produktet for viskøst, dvs. fastlignende, og fluidiseres således ikke lett under de skjærkraftnivåer som skapes i dispenserbeholderen under normale driftsbetingelser for maskinen. Tilsetning av NaOH er derfor ofte påkrevet for å øke pH til innenfor de ovenfor nevnte områder, og for å øke flytbarhetsegenskaper. Tilstedeværelsen av karbonat er også ofte påkrevet ettersom det virker som en buffer som hjelper til å opprettholde det ønskede pH-nivå. Overskudd karbonat må imidlertid unngås, ettersom det kan forårsake dannelse av nållignende krystaller av karbonat, og derved forringe stabiliteten, tiksotropien og/eller vaskevirk-

ningen av LADD-produktet, samt forringe dispenserbarheten til produktet fra for eksempel utklemningsflasker. Kaustisk soda (NaOH) tjener den ytterligere funksjon å nøytralisere skumdemperen av fosfor- eller fosfonsyreesteren når en slik er tilstede. Det er typisk med 0,5 - 3 vekt% NaOH og 2 - 9 vekt% natriumcarbonat i LADD-blandingen, selv om det bør legges merke til at tilstrekkelig alkalitet kan tilveiebringes ved hjelp av NaTPP og natriumsilikat.

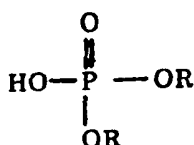
NaTPP kan anvendes i LADD-blandingen i et område fra 8 til 35 vekt%, fortrinnsvis 20 - 30 vekt%, og bør fortrinnsvis være fritt for tungmetall som er tilbøyelig til å dekomponere eller inaktivere det foretrukne natriumhypokloritt og andre klorblekemiddelforbindelser. NaTPP kan være vannfritt eller hydratisert, inkludert det stabile hexahydrat med en hydratasjonsgrad på 6 svarende til ca. 18 vekt% vann eller mer. På bakgrunn av stabiliteten til hexahydratet er faktisk tilstedeværelsen av noe hydratvann svært effektivt, idet det er antatt å tjene til å danne krystaller av det stabile hexahydrat som fremskynder hydratisering og oppløseliggjøring av de gjenværende NaTPP-partikler. Dersom bare hexahydratet anvendes, kan vaskemiddelproduktet bli for flytende. Dersom bare det vannfrie NaTPP anvendes, kan produktet omvendt i noen tilfeller, bli for tykt og derfor uegnet. Spesielt foretrukne LADD-blandinger oppnås for eksempel når det anvendes et vektforhold på 0,5:1 til 2:1 mellom vannfritt og hexahydratisert NaTPP, idet verdier på ca. 1:1 er særlig foretrukket.

Skuminhibering er viktig for å øke oppvaskmaskineffektivitet og minimalisere de stabiliserende virkninger som kan oppstå på grunn av tilstedeværelsen av for mye skum i vaskemaskinen under bruk. Skum kan reduseres tilstrekkelig ved hjelp av passende utvelgelse av typen og/eller mengden av vaskeaktivt materiale, som er den viktigste skumproduserende bestanddel. Graden av skum er også noe avhengig av hardheten til vaskevannet i maskinen, hvorved passende regulering av andelene av NaTPP som har en vann-bløtgjørende effekt, kan hjelpe til å gi den ønskede grad av skuminhibering. Det er imidlertid generelt foretrukket å ta med en klorblekemiddelstabil skumdemper eller -inhibitor. Særlig effektive er alkyl-

estrene av fosforsyre med formelen



5 som for eksempel er tilgjengelig som PCUK-PAE, og spesielt de sure alkylestrene av fosforsyre med formelen



10 som for eksempel er tilgjengelig som SAP og LPKN-158, hvor én av eller begge R-gruppene i hver type av ester kan være en C₁₂₋₂₀-alkylgruppe. Blandinger av de to typene, 15 eller alle andre klorblekemiddelstabile typer, eller blandinger av mono- og di-estere av den samme type, kan anvendes. Spesielt foretrukket er en blanding av sure mono- og di-C₁₆₋₁₈-alkylestere av fosforsyre, slik som sure monostearyl/distearylfosfater i forholdet 1,2/1. Når skumdemper anvendes, 20 er det typisk med andeler på 0,01 - 5 vekt%, fortrinnsvis 0,1 - 5 vekt%, spesielt 0,1 - 0,5 vekt%, i blandingen, idet vektforholdet mellom vaskemiddelaktiv bestanddel og skumdemper generelt varierer fra 10:1 til 1:1, og fortrinnsvis fra 4:1 til 1:1. Andre skumfjernere som kan anvendes, omfatter for 25 eksempel de kjente silikoner.

Selv om hvilken som helst klorblekemiddelforbindelse kan anvendes i blandingene ifølge oppfinnelsen, slik som diklorisocyanurat, diklordimetylhydantoin eller klorert TSP, er det foretrukket med alkalimetall-, f.eks. kalium-, lithium-, 30 magnesium- og spesielt natriumhypokloritt. Blandingene inneholder tilstrekkelig klorblekemiddelforbindelse til å gi 0,2 - 4,0 vekt% tilgjengelig klor, bestemt for eksempel ved frigjøring av 100 deler av blandingen med overskudd saltsyre. En oppløsning som inneholder 0,2 - 4,0 vekt% natriumhypokloritt, 35 inneholder eller gir grovt regnet den samme prosentandel tilgjengelig klor. En oppløsning som inneholder 0,8 - 1,6 vekt% natriumhypokloritt, inneholder 0,8 - 1,6 vekt% tilgjengelig klor og er spesielt foretrukket. For eksempel kan det med

fordel anvendes natriumhypoklorittoppløsning (NaOCl) med fra 11 til 13 % tilgjengelig klor i mengder på 3 - 20 %, fortrinnsvis 7 - 12 %.

Natriumsilikatet, som gir alkalitet og beskyttelse av harde overflater, slik som glasurmønster på porselen, anvendes i en mengde som varierer fra 2,5 til 40 vekt%, fortrinnsvis 10 til 35 vekt%, i blandingen. Natriumsilikatet beskytter også vaskemaskinen mot korrosjon. I de større mengder som her er angitt, f.eks. i mengder som er større enn ca. 10 vekt%, gir silikatet også forøkt virkning mot flekking. Natriumsilikatet tilsettes generelt i form av en vandig oppløsning, fortrinnsvis med et $\text{Na}_2\text{O}:\text{SiO}_2$ -forhold på 1:2,2 - 1:2,8, for eksempel 1:2,4. Mesteparten av de øvrige bestanddeler i blandingen, spesielt NaOH, natriumhypokloritt og skumdempere kan også tilsettes i form av en vandig dispersjon eller oppløsning.

Vaskemiddelaktivt materiale som her er anvendelig, må være stabilt i nærvær av klorblekemiddel, spesielt hypoklorittblekemiddel, og de som tilhører de organiske anioniske, vanddispergerbare overflateaktive midler av aminoxyd-, fosfinoxyd-, sulfoxyd- eller betaintypene, er foretrukket, idet de førstnevnte anioniske overflateaktive midler er mest foretrukket. De anvendes i mengder som varierer fra 0,1 til 5 %, fortrinnsvis 0,3 - 2,0 %. Særlig foretrukne overflateaktive midler er de rettkjedede eller forgrenede, alkalimetallmono- og/eller disulfonatene av mono- og/eller di-(C_{8-14})-alkyl-difenyloxyd, kommersielt tilgjengelig for eksempel som DOWFAX® 3B-2 og DOWFAX® 2A-1.

I tillegg bør det overflateaktive middel være forenlig med de øvrige bestanddelene i blandingen. Andre egnede overflateaktive midler omfatter de primære alkylsulfater, alkylsulfonater, alkylaryl-sulfonater og sekundære alkylsulfater. Eksempler omfatter natrium- C_{10-18} -alkylsulfater, slik som natriumdodecylsulfat og natriumtalgalkoholsulfat, natrium- C_{10-18} -alkansulfonater, slik som natriumhexadecyl-1-sulfonat og natrium- C_{12-18} -alkylbenzensulfonater, slik som natriumdodecylbenzensulfonater. De tilsvarende kaliumsalter kan også anvendes.

Som andre egnede overflateaktive midler eller vaske-
midler, har de overflateaktive midlene av aminoxydtype vanlig-
vis formelen R_2R^1NO , hvor hver R er en lavere alkylgruppe,
for eksempel methyl, og R^1 er en langkjedet alkylgruppe med
5 fra 8 til 22 carbonatomer, f.eks. en lauryl-, myristyl-,
palmityl- eller cetylgruppe. I stedet for et aminoxyd kan det
anvendes et tilsvarende overflateaktivt fosfinoxyd R_2R^1PO
eller sulfoxyd RR^1SO . Overflateaktive midler av betaintype
har vanligvis formelen $R_2R^1N - R''COO^-$, hvor R'' er en
10 lavere alkylengruppe med fra 1 til 5 carbonatomer. Bestemte
eksempler på disse overflateaktive midler er lauryldimethyl-
aminoxyd, myristyldimethylaminoxyd, de tilsvarende fosfinoxyder
og sulfoxyder, og de tilsvarende betainer, inkludert dodecyl-
dimethylammoniumacetat, tetradecyldiethylammoniumpentanoat,
15 hexadecyldimethylammoniumhexanoat og lignende. For biologisk
nedbrytbarhet bør alkylgruppene i disse overflateaktive mid-
lene være rettkjedede, og slike forbindelser er foretrukket.

Overflateaktive midler av den ovenfor nevnte type,
som alle er godt kjent innen teknikken, er beskrevet for ek-
20 sempel i US patentskrifter nr. 3 985 668 og 4 271 030.

Vannmengden i disse blandingene bør selvfølgelig
være hverken så høy at den gir urimelig lav viskositet og
fluiditet, eller så lav at den gir urimelig høy viskositet og
lav flytbarhet, idet tiksotrope egenskaper i begge tilfeller
25 blir nedsatt eller ødelagt. En slik mengde bestemmes lett
ved hjelp av rutineforsøk i ethvert bestemt tilfelle, og varie-
rer generelt fra 25 til 75 vekt%, fortrinnsvis 50 til 65
vekt%. Vannet bør også fortrinnsvis være avionisert eller
bløtgjort. Disse vannmengdene i blandingen omfatter vannet
30 tilsatt som deler av de flytende oppløsninger av andre bestand-
deler, men omfatter ikke bundet vann, for eksempel det som er
i NaTPP-hexahydrat.

Andre vanlige bestanddeler kan være tatt med i disse
blandinger i små mengder, generelt mindre enn 3 vekt%, som
35 parfyme, hydrotrope midler, slik som natriumbenzen-, natrium-
toluen-, natriumxylene- og natriumcumensulfonater, konserve-
ringsmidler, fargestoffer og pigmenter og lignende, som alle
selvsagt er stabile overfor klorblekemiddelforbindelse og høy

alkalitet (egenskaper hos alle bestanddelene). Spesielt foretrukket for farging er de klorerte fthalocyaniner og polysulfider av aluminiumsilikat som gir henholdsvis tiltalende grønne og blå farger.

5 De flytende ADD-blandinger ifølge oppfinnelsen anvendes lett på kjent måte for vasking av serviser, glass, kopper, spisebestikk og lignende i en automatisk oppvaskmaskin som er forsynt med en egnet vaskemiddeldispenser, i et vandig vaskebad som inneholder en effektiv mengde av blandingen.

10 I en foretrukket utførelsesform av oppfinnelsen settes det vandige, flytende vaskemiddel sammen ved å bruke de nedenfor nevnte bestanddeler.

<u>Bestanddel</u>	<u>Vektprosent</u>
15 Alkalimetalltripolyfosfat	10 - 25
Natriumsilikat (47,5 %)	15 - 40
Silika som anti-filmdanningsmiddel	1 - 4
Alkalimetallcarbonat (vannfritt)	2 - 8
Klorblekemiddelstabil, vandispergerbart	
20 organisk vaskemiddelaktivt materiale	0,5 - 3
Klorblekemiddelstabil skumdemper	0,10 - 3
Natriumhypokloritt som blekemiddelforbindelse	0,2 - 4
Fettsyre som tiksotropt fortykningsmiddel	0,03 - 0,5
Natriumhydroxyd (50 %)	2 - 6
25 Resten vann	---

De tiksotrope, vandige, flytende vaskemidler for automatiske oppvaskmaskiner ifølge foreliggende oppfinnelse kan inneholde vanlige additiver for vaskemidler. Blandingene kan fremstilles ved kommersielt tilgjengelige faste byggere i pulverform, og/eller bestanddelene kan blandes og blandingene oppmales til en ønsket partikkelstørrelse.

Oppfinnelsen kan utøves på forskjellige måter, og endel bestemte utførelsesformer vil bli beskrevet for å illustrere oppfinnelsen i de ledsagende eksempler.

35 Alle mengder og andeler som det er vist til, er vektprosent av blandingen medmindre annet er angitt.

Foreliggende oppfinnelse illustreres ytterligere ved hjelp av eksemplene nedenfor.

Eksempel 1

Et tiksotrop, vandig, flytende vaskemiddel for automatiske oppvaskmaskiner lages av de følgende bestanddeler i de angitte mengder.

<u>Bestanddel</u>	<u>Vektprosent</u>
Avionisert vann	26,26
"Knapsack" LPKN-158 skumdemper ⁽¹⁾	0,16
Natriumhydroxyd (50 %)	5,00
10 Natriumcarbonat (vannfritt)	5,00
Natriumtripolyfosfat (vannfritt)	20,00
Silika som anti-filmdanningsmiddel ⁽²⁾	2,00
Stearinsyre som tiksotrop fortykningsmiddel	0,10
Dowfax® 3B-2 overflateaktivt middel ⁽³⁾	0,80
15 Natriumhypokloritt (11 %)	9,10
Natriumsilikat (1/2,23 - 47 %)	<u>31,58</u>
	100,00

(1) Blanding av mono- og distearyl (C₁₆-C₁₈)-alkylestere av fosforsyre, molforhold 1:1,3.

20 (2) Silica Syloid® 244 har en partikkelstørrelse på ca. 4 mikrometer.

(3) Na-mono- og didecyldifenyletherdisulfonat (45 % oppløsning)

Stearinsyren smeltes og bestanddelene tilsettes til vannet generelt i den angitte rekkefølge og omrøres forsiktig inntil det er oppnådd en homogen blanding. Blandingen testes
25 ved å vaske glasstøy og servise ved en temperatur på 54° C i hardt vann (300 ppm hardhet) i en automatisk oppvaskmaskin, og de rene og tørkede, vaskede gjenstander finnes å ikke ha noen synlig film.

30 Eksempel 2

For å demonstrere effekten av å tilsette silika som anti-filmdanningsmiddel, fremstilles blandingen med og uten silika som anti-filmdanningsmiddel og sammenlignes med et kommersielt tilgjengelig pulvervaskemiddel.

35 Blandingene lages slik at de inneholder de følgende bestanddeler.

<u>Bestanddel</u>	Silika (A) som anti-film- danningsmiddel	Ingen silika ^(B) som anti-film- danningsmiddel
Avionisert vann	32,05	34,55
"Knapsack" LPKN-158 skumdemper	0,16	0,16
5 Natriumhydroxyd (50 %)	5,00	5,00
Natriumcarbonat (vannfritt)	5,00	5,00
Natriumtripolyfosfat (vannfritt)	20,00	20,00
Silika (Syloid® 244) anti-film- danningsmiddel	2,50	---
10 Stearinsyre som tiksotropt fortykningsmiddel	0,10	0,10
Dowfax® 3B-2 overflateaktivt middel	0,10	0,80
Natriumhypokloritt (11 %)	9,10	9,10
Natriumsilikat (1/2,23 - 47 %)	<u>25,29</u>	<u>25,29</u>
15	100,00	100,00

Stearinsyren smeltes og bestanddelene tilsettes til vannet generelt i den angitte rekkefølge og omrøres inntil det er oppnådd en homogen blanding. Blandingen testes ved å vaske glasstøy ved 54° C i hardt vann (300 ppm hardhet).

20 De to blandingene (A) og (B) ovenfor ble testet og sammenlignet med et kommersielt tilgjengelig pulvervaskemiddel for automatiske oppvaskmaskiner C. Blandingene ble testet i en Kenmore automatisk oppvaskmaskin ved bruk av fremgangsmåten beskrevet i ASTM D 3566-79, bortsett fra at bare fire vaske-
25 sykluser ble brukt. Filmdannelsen og flekkdannelsen ble bedømt etter de følgende skalaer:

Vurderingsskala for filmdannelse

1. Best, ingen synlig film
2. Svak filmdannelse, begynner å bli synlig
- 30 3. Merkbar film, økende
4. Fortsatt økning av betydelig film
5. Filmdannelse begynner å bli kraftig
6. Høy filmdannelse, kraftig oppbygning
7. Fortsatt økning av kraftig film.

Vurderingsskala for flekkdannelse

- A. Best, ingen flekker
- B. Svært få flekker synlige
- C. Utpreget
- 5 D. Betydelig belegning, omtrent 50 %.

De oppnådde resultater i den fjerde syklus er angitt i tabell 1 nedenfor.

Tabell 1

10 <u>Blanding</u>	<u>Vurdering av ytelse</u>	
	<u>Flekk</u>	<u>Film</u>
(A) Silika som anti-filmdannelsesmiddel	B-C	1-2
(B) Ingen silika som anti-filmdannelsesmiddel	B-C	5-6
15 (c) Kommersielt pulverbaskemiddel	B-C	4-5

Eksempel 3

Tiksotrope, vandige, flytende vaskemidler for automatiske oppvaskmaskiner lages av de følgende bestanddeler
20 i de angitte mengder.

25

30

35

<u>Bestanddel</u>	<u>Silika^(D) som anti-film- danningsmiddel</u>	<u>Ingen silika^(E) som anti-film- danningsmiddel</u>
Avionisert vann	32,638	34,638
5 Graphtol -grønt pigment	0,002	0,002
"Knapsack" LPKN-158 skumdemper	0,160	0,160
Natriumhydroxyd (50 %)	5,000	5,000
Natriumcarbonat (vannfritt)	5,000	5,000
Natriumsilikat (1/2,35 - 43,5 %)	25,300	25,300
10 Natriumtripolyfosfat (vannfritt)	20,000	20,000
Silika som anti-filmdannings- middel (1)	2,000	---
Dowfax [®] 3B-2 overflateaktivt middel ⁽²⁾	0,800	0,800
15 Stearinsyre ⁽³⁾	0,100	0,100
Natriumhypokloritt (11 %)	<u>9,000</u>	<u>9,000</u>
	100,000	100,000

(1) Silika (Huber[®] Zeo 49) inneholder ca. 1 % alumina (Al_2O_3) og har en partikkelstørrelse på ca. 9 mikrometer

20 (2) Na-mono- og Na-didecyldifenyletherdisulfonat (45 % oppløsning)

(3) "Emersol" 132

Stearinsyren smeltes og bestanddelene tilsettes til vannet generelt i den angitte rekkefølge og omrøres inntil det
25 er oppnådd en homogen blanding. Blandingene testes ved å vaske glasstøy ved 54^o C i hardt vann (300 ppm hardhet).

De to blandingene ble testet og sammenlignet med et kommersielt pulvervaskemiddel for automatiske oppvaskmaskiner F. Blandingene ble testet i en Kenmore automatisk oppvask-
30 maskin ved å bruke fremgangsmåten beskrevet i ASTM D 3566-79, bortsett fra at det bare ble brukt fire vaskesykluser. Flekk- og filmdannelsen ble bedømt som i eksempel 2, og resultatene som ble oppnådd i den fjerde syklus, er gjengitt nedenfor i tabell 2.

Tabell 2

		<u>Ytelsevurdering</u>	
		<u>Flekk</u>	<u>Film</u>
(D)	Silika som anti-filmdanningsmiddel	B-C	1-2
5	(E) Ingen silika som anti-filmdanningsmiddel	B-C	4
(F)	Kommersielt pulvervaskemiddel	B-C	5-6

Eksempel 4

Et tiksotropt, vandig, flytende vaskemiddel for
 10 automatiske oppvaskmaskiner lages av de følgende bestanddeler
 i de angitte mengder.

<u>Bestanddel</u>	<u>Vektprosent</u>
Avionisert vann	38,79
Aluminiumstearat som tiksotropt fortykningsmiddel	0,25
15 Leire ("Pharmagel" H) som tiksotropt fortyknings- middel	1,25
Natriumsilikat (1/2,4 - 47,5 %)	17,73
Natriumtripolyfosfat (vannfritt)	12,00
Natriumtripolyfosfat (hexahydrat)	12,00
20 Silika som anti-filmdanningsmiddel	2,00
Natriumcarbonat (vannfritt)	5,00
Natriumhypokloritt (11 %)	7,61
Dowfax® 3B-2 overflateaktivt middel	0,80
Skumdemper ⁽¹⁾	0,16
25 Natriumhydroxyd (50 %)	2,40
Graphtol-grønt	<u>0,01</u>
	100,00

(1) 1:1 blanding av LPKN-158 og PCUK-PAE.

Bestanddelene blandes på vanlig måte eller blandes
 30 ved å følge fremgangsmåten ifølge US patentskrift nr. 4.752.409.

Blandingen testes ved å vaske glasstøy ved 54° C i
 hardt vann (300 ppm hardhet) i en automatisk oppvaskmaskin.
 Det rene og tørkede glasstøy finnes å være fritt for film.

De tiksotrope, vandige, flytende vaskemidler for
 35 automatiske oppvaskmaskiner ifølge foreliggende oppfinnelse
 gir forbedrede filmegenskaper.

P a t e n t k r a v

1. Gellignende, tiksotropt, vandig, flytende vaskemiddel
5 for automatiske oppvaskmaskiner,
k a r a k t e r i s e r t v e d at det basert på vekt om-
fatter:

- (a) 5 - 35 % vaskemiddelbygger,
- (b) 2,5 - 40 % natriumsilikat,
- 10 (c) 0,5 - 5 % silika som anti-filmdanningsmiddel med
en partikkelstørrelse på 0,1 - 10 mikrometer,
- (d) 0 - 9 % alkalimetallcarbonat,
- (e) 0,1 - 5 % klorblekemiddelstabil, vanddisperger-
bart, organisk, vaskemiddelaktivt materiale,
- 15 (f) 0 - 5 % klorblekemiddelstabil skumdemper,
- (g) klorblekemiddeleforbindelse i en mengde som gir
0,2 - 4 % tilgjengelig klor,
- (h) en tilstrekkelig mengde av et tiksotropt fortyk-
ningsmiddel til å gi en tiksotropiindeks på 2,5-10,
- 20 (i) 0 - 8 % natriumhydroxyd og
- (j) resten vann.

2. Vaskemiddel ifølge krav 1,
k a r a k t e r i s e r t v e d at det tiksotrope fortyk-
25 ningsmiddel omfatter en fettsyre med 8 - 22 carbonatomer i en
mengde på 0,03 - 0,5 %.

3. Vaskemiddel ifølge krav 1,
k a r a k t e r i s e r t v e d at det tiksotrope fortyk-
30 ningsmiddel omfatter et flerverdig metallsalt av en fettsyre
med 8 - 22 carbonatomer i en mengde på 0,02 - 1,0 %.

4. Vaskemiddel ifølge krav 2,
k a r a k t e r i s e r t v e d at det i tillegg omfatter
35 en leire som tiksotropt fortykningsmiddel i en mengde på 0,1 -
3,0 %.

5. Vaskemiddel ifølge krav 3,
k a r a k t e r i s e r t v e d at det i tillegg omfatter
en leire som tiksotropt fortykningsmiddel i en mengde på 0,1 -
3,0 %.

5

6. Vaskemiddel ifølge krav 1,
k a r a k t e r i s e r t v e d at anti-filmdanningsmidlet
bestående av silika har en partikkelstørrelse på 0,5 - 8,0
mikrometer.

10

7. Anvendelse av et gellignende, tiksotropt, vandig,
flytende vaskemiddel ifølge krav 1 til oppvask i automatiske
oppvaskmaskiner.

15

20

25

30

35