

(19)



**Евразийское
патентное
ведомство**

(11) **038153**

(13) **B1**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОМУ ПАТЕНТУ

(45) Дата публикации и выдачи патента
2021.07.14

(51) Int. Cl. **C11D 9/02** (2006.01)
C11D 13/18 (2006.01)

(21) Номер заявки
201891422

(22) Дата подачи заявки
2017.01.19

**(54) ПОЛУЧЕНИЕ КУСКОВОГО МОЮЩЕГО СРЕДСТВА ЖИРНОЙ КИСЛОТЫ,
СОДЕРЖАЩЕГО КАЛИЕВОЕ МЫЛО, ИЗ МАСЛЯНОГО СЫРЬЯ С НИЗКИМ
ЙОДНЫМ ЧИСЛОМ**

(31) **16152824.5**

(56) US-A-4297230

(32) **2016.01.26**

FR-A-1457935

(33) EP

WO-A1-9722684

(43) **2019.02.28**

US-A-3523909

(86) PCT/EP2017/051118

US-A-4874538

(87) WO 2017/129472 2017.08.03

US-A-3988255

US-A-4879063

(71)(73) Заявитель и патентовладелец:
ЮНИЛЕВЕР АйПи ХОЛДИНГС Б.В.
(NL)

(72) Изобретатель:
Астолфи Рафаэл, Леопольдино Серхио
Роберто, Оура Энио Мицуки (BR),
Шафер Джорджия Л., Яровой Юрий
Константинович (US)

(74) Представитель:
Нилова М.И. (RU)

(57) Изобретение относится к кусковым моющим средствам, полученным преимущественно (50% или более) из масла или масел с определенным йодным числом. Неожиданно было обнаружено, что при применении определенных количеств калиевого мыла, кусковые моющие средства, полученные из масел, попадающих в определенный интервал йодного числа, имеют превосходные скорости экструзии (что определяется попаданием в пределы определенных значений твердости), при этом не демонстрируют чрезмерного растрескивания и в то же время демонстрируют характеристики износа и образования кашицы, связанные с более низким йодным числом, и неожиданные характеристики пенообразования, не ожидаемые от кусковых моющих средств, полученных из масел с более низким йодным числом. Это является уникальной и неожиданной одновременной совокупностью свойств. Кроме того, также обнаружена неожиданная эффективность отдушки (т.е. насыщенность).

038153
B1

038153
B1

Область техники

Изобретение относится к кусковым моющим средствам, которые представляют собой преимущественно (50 мас.% или более) композиции кускового моющего средства жирной кислоты. Для обеспечения высокой производительности при получении кусковых моющих средств посредством экструзии мыло жирной кислоты (полученное посредством омыления масел) не должно быть слишком мягким (засоряющим оборудование) и слишком твердым (снижающим скорости экструзии вследствие более низкой пластичности и/или вызывающим дефекты конечных изделий кускового моющего средства вследствие сильного растрескивания). Свойства мыла, полученного омылением, в свою очередь зависят от выбора смеси масел, образующей мыло. Смесь масел может также иметь важное значение при определении других свойств (например, пенообразования, склонности к износу, склонности к образованию кашицы) при экструзии мыла и получении конечного изделия кускового моющего средства.

Настоящее изобретение относится к кусковым моющим средствам, полученным из масляного сырья с низким йодным числом (кусковые моющие средства из которого обычно являются более твердыми, чем кусковые моющие средства из сырья с более высоким йодным числом), в которых присутствует определенное количество калиевого мыла.

Неожиданно было обнаружено, что кусковые моющие средства могут быть получены из исходных масел (например, триглицеридов, используемых для получения мыла), имеющих низкие йодные числа (IV) (характеристика среднего уровня ненасыщенности цепей жирных кислот, составляющих триглицериды), достаточные для поддержания высоких скоростей экструзии при одновременном сохранении отличных потребительских свойств (хорошего пенообразования, меньшего растрескивания); обычно кусковые моющие средства с более высоким йодным числом (более высоким уровнем ненасыщенности) обладают такими превосходными потребительскими свойствами, но не обеспечивают высокую производительность при экструзии (например, вследствие слишком высокой их мягкости). Неожиданно, что за счет обеспечения определенного диапазона количества калиевого мыла в кусковых моющих средствах, полученных из масел с определенным йодным числом (относительно общей массы композиций кускового моющего средства), можно получать кусковые моющие средства, имеющие значения твердости, которые обеспечивают идеальные скорости экструзии при одновременном сохранении хорошего пенообразования и низкого растрескивания (оба свойства связаны с более высоким йодным числом сырья). Кроме того, поскольку стараются избегать применения сырья с более высоким йодным числом, снижается склонность к износу. Более того, все указанные выше свойства присущи кусковым моющим средствам, имеющим содержание воды от 13 до 25 мас.%, предпочтительно от 14 до 22%, более предпочтительно от 15 до 20%, еще более предпочтительно от 16 до 18%. Интервал содержания воды, при котором осуществляют получение (экструзию и штамповку) традиционных экструдированных кусковых моющих средств, как правило, вызывает сложности вследствие возникновения потенциальных трудностей, вызванных чрезмерной мягкостью и липкостью, если интервал содержания воды не подобран тщательным образом.

Уровень техники

Кусковые моющие средства для очищения обычно получают путем непосредственного омыления жиров и масел или путем нейтрализации свободных жирных кислот. В процессе омыления различные жиры (например, смеси животного жира, пальмового и/или кокосового масел) омыляют в присутствии щелочи (обычно NaOH) с получением солей щелочных металлов жирных кислот (полученных из цепей жирных кислот, образующих глицерид) и глицерина. Затем глицерин, как правило, экстрагируют солевым раствором с получением разбавленного раствора мыла жирной кислоты, содержащего мыло (мыло, образованное при омылении и перед экструзией в конечное изделие кускового моющего средства, часто называют мыльной "лапшой") и водную фазу (например, 70% мыла и 30% водной фазы). Затем раствор мыла обычно сушат (например, до содержания воды примерно 16%), а оставшуюся массу обычно перемешивают, измельчают, обрабатывают с помощью шнек-пресса (например, посредством экструзии мыльной лапши через носовой конус), разрезают и штампуют с получением кусковых моющих средств.

Длина цепи мыла жирных кислот варьируется в зависимости от исходного жирового или масляного сырья (для осуществления задач настоящего описания термины "масло" и "жир" используются взаимозаменяемо, за исключением случаев, когда контекст требует иного). Мыла жирных кислот с более длинной цепью (например, C₁₆ пальмитиновой или C₁₈ стеариновой) обычно получают из животного жира и пальмовых масел, а мыла жирных кислот с более короткой цепью (например, C₁₂ лауриновой) обычно могут быть получены, например, из кокосового масла или пальмоядрового масла. Полученные мыла жирных кислот также могут быть насыщенными или ненасыщенными (например, олеиновой кислоты).

Обычно мыла жирной кислоты с большей молекулярной массой (например, мыла от C₁₄ до C₂₂), в частности мыла насыщенных кислот с большей молекулярной массой, являются нерастворимыми и не образуют хороших объемов пены, несмотря на то, что они могут способствовать образованию другими растворимыми мылами более кремообразной и более стабильной пены. Мыла кислот с более низкой молекулярной массой (например, от C₈ до C₁₂) и мыла ненасыщенных кислот (например, мыло олеиновой кислоты) наоборот быстро образуют пену. Тем не менее, мыла с более длинной цепью (обычно мыла насыщенных кислот, хотя они могут содержать некоторое количество мыла ненасыщенной кислоты, такой как олеиновая) являются подходящими благодаря тому, что они сохраняют структуру и растворяют-

ся не очень быстро. Мыла ненасыщенных кислот (например, олеиновой) являются растворимыми и быстро образуют пену, как мыла с короткой цепью, но образуют более плотную, более кремообразную пену, как мыла с более длинной цепью.

Обычно кусковое моющее средство, полученное так называемым способом экструдирования кусковых моющих средств (в отличие от кусковых моющих средств, полученных, например, способом литья из расплава, в котором ингредиенты выливают в форму и затем охлаждают или обеспечивают охлаждение до затвердевания и формирования кускового моющего средства), должно быть получено из мыла с достаточной твердостью (не слишком мягкого, чтобы не забивать оборудование, или не слишком непластичного, чтобы не замедлять скорость получения и не вызывать растрескивание), поэтому мыла могут быть экструдированы с достаточно высокой скоростью, чтобы обеспечить экономическую целесообразность при получении кусковых моющих средств. Обычно такую скорость определяют как составляющую по меньшей мере 200 кусков/мин, предпочтительно более 300 кусков/мин. Для обеспечения соответствия установленному стандарту скорости экструзии, заявители определили твердость кускового моющего средства, которая должна соответствовать определенным значениям. Обычно значение твердости составляет от примерно 3 до 5 кг при измерении при 40°C с использованием проникновения 15 мм. Измерение твердости представляет собой измерение твердости конечного изделия кускового моющего средства после экструзии. Как правило, такое измерение осуществляют непосредственно после экструзии.

Твердость конечного изделия кускового моющего средства коррелирует с йодным числом масла, из которого получено мыло. Считается, что масла и жиры с уровнем ненасыщенности выше среднего имеют высокое йодное число; а масла и жиры с уровнем ненасыщенности ниже среднего, как считается, имеют низкое йодное число. Как правило, кусковые моющие средства, полученные из масел с более высоким йодным числом (более ненасыщенных), являются более мягкими, а кусковые моющие средства, полученные из масел с низким йодным числом (более насыщенных), являются более твердыми. Йодное число представляет собой хорошо известный стандарт для определения ненасыщенности, и методы определения йодного числа являются хорошо известными и понятными. Одним из хорошо известных методов является, например, применение газовой хроматографии. При применении указанного метода образуются метиловые сложные эфиры цепей жирных кислот в масле, и метиловые сложные эфиры жирных кислот анализируют с помощью газовой хроматографии. Как отмечено, этот метод является хорошо известным в данной области техники.

Авторы настоящего изобретения обнаружили, что измеренный интервал значений твердости конечного изделия кускового моющего средства, как определено, коррелирует с твердостью мыла, полученного омылением, которое не является ни слишком мягким (что может приводить к засорению оборудования), ни слишком твердым (образующим кусковые моющие средства, имеющие потенциальные сложности с растрескиванием), и поэтому он представляет собой интервал твердости, который обеспечивает экструзию с высокой производительностью. При получении кусковых моющих средств, попадающих в определенный интервал значений твердости (и обеспечивающих экструзию, коррелирующую с высокой производительностью), заявители всегда акцентировали внимание на значениях йодного числа исходного масла и никогда не акцентировали внимание на распределении мыл (например, количествах и типах мыл), полученных после омыления масла. Как правило, для получения мыла с достаточной пластичностью, которое не является ни настолько мягким, чтобы вызвать засорение и обеспечить низкую экструзию, ни настолько твердым, чтобы вызвать сильное растрескивание готовых кусковых моющих средств, применяют исходные масла с йодным числом, составляющим от 37 до 43, предпочтительно от 38 до 43.

Теоретически будет преимуществом применять исходные материалы с еще более низким йодным числом (т.е. масел с меньшей ненасыщенностью и образующих менее пластичные ("более твердые") мыла, так как масла с более низким йодным числом обычно дешевле, и так как при применении более твердого мыла можно ожидать получения кусковых моющих средств, которые имеют меньшую склонность к износу и характеризуются меньшей склонностью к образованию кашицы при применении кускового моющего средства. Однако при применении масел с более низким йодным числом также можно ожидать, что мыла, полученные омылением, будут приводить к образованию конечных кусковых моющих средств, которые обеспечивают меньшее пенообразование. Кроме того, при отсутствии каких-либо указаний относительно омыления (например, следует омылять какими-либо конкретными противоионами или получать какое-либо конкретное количество калиевого мыла или натриевого мыла) можно ожидать, что мыло, полученное омылением, будет слишком твердым и будет вызывать сильное растрескивание. Например, применение мыльной лапши, полученной из масел с йодным числом, составляющим 32, омыленных посредством NaOH на 100% (т.е., содержащей 0% калиевого мыла), приводит к получению кусковых моющих средств со значениями твердости выше 5 кг (при измерении конечного кускового моющего средства при 40°C с использованием 15 мм проникновения). Результаты, приведенные в табл. 2, подтверждают это. Экструдированные кусковые моющие средства, изготовленные из такого мыла, демонстрируют сильное растрескивание.

Неожиданно авторы изобретения обнаружили, что за счет омыления масел таким образом, чтобы образовалось от 5 до 15% калиевой мыльной лапши (в процентах относительно общей массы композиции кускового моющего средства), можно применять исходные масла, имеющие йодное число 37 или

ниже (например, 0-37, предпочтительно 2-36, предпочтительно 10-35, более предпочтительно 25-35, еще более предпочтительно 30-35); и полученные конечные кусковые моющие средства при экструдировании полученной мыльной лапши имеют твердость от 3,0 до 5,0 кг, измеренную при 40°C, и величину растрескивания от 0 до 3, как определено в протоколе в настоящем документе. Специалист в данной области техники будет ожидать, что кусковые моющие средства, полученные из масел с таким более низким йодным числом, будут иметь сильное растрескивание (например, которое находится вне интервала твердости согласно настоящему изобретению). Действительно, если масла с более низким йодным числом омыляют с получением количества калиевого мыла вне заданного интервала от 5 до 15% калиевого мыла, как правило, необязательно будет обеспечиваться интервал идеальной твердости кусковых моющих средств, полученных согласно настоящему изобретению, и также необязательно будут обеспечиваться коррелирующие скорости экструзии (при этом кусковые моющие средства не будут демонстрировать сильное растрескивание).

Более того, поскольку мыла (и экструдированные конечные кусковые моющие средства) получают с применением масел с более низким йодным числом (с более низкой ненасыщенностью, более твердых масел), кусковые моющие средства имеют более низкую склонность к износу (более длительный срок службы) и имеют в целом более низкую склонность к образованию кашицы, чем кусковые моющие средства, полученные с применением исходных масел с более высоким йодным числом (например, выше 37). Таким образом, для получения мыла, которое может быть экструдировано с отличными скоростями (больше или равными 200 кусков/мин) при отсутствии серьезных сложностей с растрескиванием можно применять более дешевые масла с более низким йодным числом, и при этом можно наблюдать преимущества, заключающиеся в более низкой склонности к износу и меньшей склонности к образованию кашицы, обусловленные применением таких масел с более низким йодным числом.

Кроме того, совершенно неожиданно было обнаружено, что омыление масел с более низким йодным числом с образованием от 5 до 15% калиевого мыла позволяет получать кусковые моющие средства с увеличенным пенообразованием по сравнению с кусковыми моющими средствами, полученными с применением масел, имеющих то же йодное число, но омыленных с образованием 100% натриевого мыла (например, менее 5% калиевого мыла в процентах относительно исходного кускового моющего средства). Действительно, уровни пенообразования сопоставимы с кусковыми моющими средствами, полученными из масел с йодным числом 39 и омыленными с образованием 100% натриевого мыла. Это особенно удивительно, так как лучшее пенообразование обычно связано только с применением таких исходных масел с более высоким йодным числом.

Если применять исходные масла, соответствующие верхней границе интервала (т.е. интервала от 0 до 37), необходимо меньшее количество калиевого мыла (в пределах интервала от 5 до 15%), и, если применять исходные масла с более низким йодным числом, следует применять больше калиевого мыла (т.е. для обеспечения соответствия целевого значения твердости). Например, для масла с йодным числом на верхней границе (например, от 30 до 35), как правило, должно образоваться от 5 до 10% калиевого мыла; и для масел с более низким йодным числом (5-9), как правило, должно образоваться от 10 до 14% калиевого мыла. Поскольку смеси масел имеют различное распределение длины насыщенных и ненасыщенных углеродных цепей и различное распределение длины более коротких или более длинных цепей (например, животные жиры, пальмовое масло и пальмовое стеариновое масло имеют большее количество ненасыщенных цепей и, как правило, более длинные цепи; наоборот, кокосовое масло и пальмоядровые масла имеют меньше ненасыщенных углеродных цепей и, как правило, более короткие цепи), количество образованного калиевого мыла (в пределах интервала от 5 до 15%) может незначительно изменяться даже для смесей масел, имеющих одинаковые средние значения йодного числа. Эти небольшие изменения легко определить путем получения кускового моющего средства, содержащего выбранное количество калиевого мыла в пределах указанного интервала, и калибровки на основании измеренного результата испытания на твердость.

Иными словами, хотя среднее значение йодного числа исходного масла или масел может быть одинаковым, если соотношение масел в исходной смеси масел, подлежащей омылению, изменяется (например, соотношение животного жира и кокосового масла 90/10 относительно 80/20), точное количество калиевого мыла, которое должно быть образовано при омылении, может незначительно отличаться. Смесь животного жира и кокосового масла в соотношении 90/10, например, как правило, содержит больше масел с длинной цепью относительно кускового моющего средства, полученного из смеси животного жира и кокосового масла в соотношении 80/20; и при омылении с образованием 100% натриевого мыла, например, образует мыла, которые являются менее пластичными ("более твердыми"), чем мыла, полученные из смеси масел в соотношении 80/20. Таким образом, даже несмотря на то, что йодное число обеих смесей масел может быть одинаковым, для получения кускового моющего средства, изготовленного из мыла, полученного омылением смеси масел с соотношением 90/10, которое соответствует определенному интервалу твердости, может потребоваться большее количество калиевого мыла (8% относительно 7%), чем для получения кускового моющего средства, изготовленного из мыла, полученного омылением смеси масел с соотношением 80/20, которое соответствует определенному интервалу твердости. Тем не менее, необходимое количество калия может быть легко определено специалистами в данной

области техники путем калибровки с помощью испытания на твердость. Таким образом, хотя не каждое значение в интервале содержания калиевого мыла, составляющем 5-15%, обеспечивает соответствие кусковых моющих средств, изготовленных из масел с йодным числом 0-37, интервалам твердости, измеренной для конечного кускового моющего средства (поскольку, как уже отмечалось, это зависит от соотношения исходных масел), легко определить такую часть интервала (например, в пределах интервала 5-15%) для любой конкретной смеси масел.

Следует отметить, что хотя можно наблюдать различия (в необходимости незначительно разных количеств калиевого мыла), когда соотношение масел с характерно более длинной цепью (например, животного жира, пальмового стеаринового, пальмового) и масел с характерно более короткой цепью (кокосового, пальмоядрового) изменяется (90/10 по сравнению с 80/20), различий в длине цепи между маслами с более длинной цепью или более короткой цепью недостаточно, чтобы обеспечить какое-либо значительное различие, если заменить одно масло с более длинной цепью или одно масло с более короткой цепью на другое. Так, например, для смеси масел с одинаковым средним йодным числом количество используемого калиевого мыла, по существу, является одинаковым для смеси животного жира и кокосового масла в соотношении 90/10, для смеси пальмового стеаринового масла (PSO) и кокосового масла в соотношении 90/10, для смеси животного жира и пальмоядрового масла в соотношении 90/10 или для смеси пальмового стеаринового масла и пальмоядрового масла в соотношении 90/10. Для осуществления задач настоящего изобретения животный жир, пальмовое стеариновое масло (PSO) и пальмовое масло (PO) можно применять взаимозаменяемо; а также кокосовое и пальмоядровое масла также можно применять взаимозаменяемо.

Также авторы изобретения неожиданно обнаружили, что в кусковых моющих средствах, содержащих ароматизатор и полученных из масел с более низким йодным числом, омыленных с получением от 5 до 15% калиевого мыла (относительно кусковых моющих средств, содержащих ароматизатор и полученных из масел с более высоким йодным числом, но омыленных таким образом, что калиевое мыло не образуется), паровая фаза над кусковым моющим средством (например, концентрация ароматизатора в статической паровой фазе над твердым мылом, как определено в протоколе) и паровая фаза над разбавленным кусковым моющим средством (например, концентрация ароматизатора в статической паровой фазе над разбавленной мыльной суспензией, как определено в протоколе) значительно улучшается.

В области техники, известной авторам изобретения, не раскрыто, что количество образующегося мыла и тип омыления (например, масла с определенным йодным числом омыляют с образованием 5-15% калиевого мыла в процентах относительно общей массы кускового моющего средства) могут обеспечить изготовителю возможность выбора исходного масла с более низким средним значением йодного числа, и при этом не предполагается, что можно одновременно обеспечить высокую производительность при отсутствии сильного растрескивания и улучшенные характеристики сенсорных свойств (например, низкие склонность к износу и склонность к образованию кашицы, характерные для масел с низким йодным числом, и уровни пенообразования, характерные для более высокого йодного числа). Таким образом, изобретитель может выбрать, например, масла с более низким средним значением йодного числа (например, которые являются более дешевыми) с обеспечением при этом высокой производительности при экструзии (например, которая коррелирует с измеренным значением твердости полученных кусковых моющих средств от 3 до 5 кг, измеренным при 40°C с применением проникновения 15 мм, когда кусковые моющие средства тестируют сразу после экструзии), и при этом избегают сложностей с растрескиванием, которые обычно связаны с получением кусковых моющих средств при применении таких масел с более низким йодным числом в качестве исходных материалов. Кроме того, при применении масла с более низким йодным числом можно обеспечить более низкую склонность к износу, меньшую склонность к образованию кашицы, при этом с неожиданным сохранением уровня пенообразования, сравнимого с уровнями пенообразования при применении масел с более высоким йодным числом в качестве исходных материалов.

Настоящее изобретение относится как к новым кусковым моющим средствам, так и к способу получения указанных кусковых моющих средств. Указанные кусковые моющие средства характеризуются высокой производительностью при экструзии (как определено) при отсутствии сложностей с растрескиванием и обладают отличными потребительскими свойствами. Кусковые моющие средства согласно настоящему изобретению получают с применением масел и смесей масел с низким средним йодным числом (от 0 до 37, предпочтительно от 2 до 36, более предпочтительно от 10 до 35) в качестве исходных материалов. Указанный способ включает обеспечение масла или масел с йодным числом от 0 до 37, омыление масла или масел с получением от 5 до 15% калиевого мыла в процентах относительно кускового моющего средства в целом (остальное мыло в конечном кусковом моющем средстве может представлять собой, например, натриевое мыло) и экструзию полученной мыльной лапши с получением конечных кусковых моющих средств. При содержании калиевого мыла более 15% экструдированная масса, как правило, является слишком мягкой и непригодной для промышленной обработки. Как отмечено выше, в пределах интервала содержания калиевого мыла от 5 до 15% легко определить точное количество, необходимое для обеспечения конечных кусковых моющих средств, характеризующихся твердостью в определенном интервале.

В области техники, известной авторам изобретения, в частности, не раскрыто применение определенных масел с йодным числом от 0 до 37, омыленных определенным образом с применением 5-15% калия. Также авторами изобретения не обнаружено, что при применении конкретных критериев получают кусковые моющие средства с определенной твердостью (от 3,0 до 5,0 кг, измеренной при 40°C), которые идеально подходят для экструзии и при этом не имеют сильного растрескивания. Комбинация хорошего пенообразования (за счет применения калия), низкой склонности к износу и слабого растрескивания является крайне неожиданной.

Краткое описание изобретения

Настоящее изобретение включает композицию кускового моющего средства (предпочтительно содержащую от 50 или более до 90 мас.% мыла), содержащую от 5 до 15 мас.% калиевого мыла (относительно массы кускового моющего средства в целом). Остальное мыло в кусковом моющем средстве может представлять собой, например, натриевое мыло.

Указанное кусковое моющее средство имеет твердость от 3 до 5 кг при определении при 40°C с применением проникновения 15 мм непосредственно после экструзии, и величину растрескивания от 0 до 3, как определено в протоколе.

Кроме того, кусковые моющие средства согласно настоящему изобретению предпочтительно имеют содержание воды от 13 до 25%, предпочтительно от 14 до 22%, более предпочтительно от 15 до 20%, еще более предпочтительно от 16 до 18%. Более высокое содержание воды в кусковых моющих средствах, как правило, связано со снижением общего количества жирового вещества (TFM), что является преимущественным для обеспечения мягкости и доставки полезных активных веществ. Однако такое высокое содержание воды обычно не целесообразно для традиционных экструдированных кусковых моющих средств вследствие чрезмерной мягкости и липкости, которые наблюдаются при таком высоком содержании воды.

Предпочтительно указанное кусковое моющее средство экструдировано из мыльной лапши, причем экструдированную лапшу получают омылением из исходного масла или масел со средним йодным числом от 0 до 37 (получение точного определенного количества калиевого мыла в интервале от 5 до 15% зависит от йодного числа исходного масла или смесей масел в интервале от 0 до 37 и, частично, от состава смеси (например, отношение количества животного жира к количеству кокосового масла)). Эта величина легко определяется специалистом в данной области техники, например, с применением простого итерационного способа, в котором твердость конечного кускового моющего средства применяют для калибровки необходимости образования немного большего или меньшего количества калиевого мыла, чтобы обеспечить твердость в пределах определенного значения.

Предпочтительно омыляемые масла включают масла, выбранные из группы, состоящей из животного жира и кокосового масла, как определено в настоящем документе. Как отмечено, в соответствии с данным изобретением животный жир, пальмовое масло (PO) и пальмовое стеариновое масло (PSO) каждое действует по существу одинаково, если эти масла с характерно длинной цепью имеют одинаковое йодное число, и соотношение этих масел к маслам с характерно короткой цепью остается неизменным. Аналогичным образом кокосовое масло и пальмоядровое масло (PKO) действуют по существу одинаково, если они имеют одинаковое йодное число, и соотношение масел с характерно более длинной цепью к маслам с характерно более короткой цепью остается неизменным. В одном варианте реализации предпочтительны кусковые моющие средства, содержащие 5, или 6, или 7% калиевого мыла (в массовых процентах относительно конечного кускового моющего средства) на нижней границе интервала до 10, или 11, или 12, или 13% калиевого мыла на верхней границе интервала, и где соотношение животного жира к кокосовому маслу составляет от 78/22 до 82/18 (исходные масла перед омылением). Более конкретно, в одном варианте предпочтительны кусковые моющие средства, содержащие от 5 до 12% калиевого мыла и полученные из масел, в которых соотношение PSO к PKO составляет от 78/22 до 82/18. В другом варианте кусковые моющие средства содержат от 5 до 9% калиевого мыла, а соотношение исходного животного жира и кокосового масла (или PSO к PKO) составляет от 82/18 до 88/12. В другом варианте кусковые моющие средства содержат от 8 до 12% калиевого мыла, а соотношение животного жира и кокосового масла (или PSO к PKO) составляет от 87/13 до 93/7.

Поскольку авторы настоящего изобретения омыляют исходные жирные масла и/или нейтрализуют жирные кислоты с образованием от 5 до 15% калиевого мыла (с применением, например, гидроксида калия), и остальное предпочтительно составляют натриевые мыла, можно применять исходные масла с йодным числом от 0 до 37 (предпочтительно от 2 до 36, предпочтительно от 10 до 35 или от 25 до 35) с обеспечением хорошей твердости кускового моющего средства (которую определяют посредством значения твердости в определенном интервале, и в этом интервале обеспечивается возможность экструзии мыла при скорости экструзии, составляющей 200 или более кусков/мин), при этом одновременно избегают чрезмерного растрескивания (индекс растрескивания составляет от 0 до 3). Когда применяют исходные масла с более низким йодным числом, и указанное количество калия не применяют, кусковые моющие средства достигают значений 4 или 5 по шкале растрескивания от 0 до 5 ("индекс растрескивания"), и такие кусковые моющие средства считают неприемлемыми.

Кроме того, поскольку авторы настоящего изобретения применяют масла с низким средним йод-

ным числом (которые являются менее дорогими, чем масла с более высоким йодным числом), можно получить кусковые моющие средства с твердостью в пределах определенного интервала, которые также характеризуются более низкой склонностью к износу и меньшей склонностью к образованию кашицы, что обусловлено применением таких масел с более низким йодным числом. Кроме того, авторы изобретения неожиданно обнаружили, что указанные кусковые моющие средства пенятся так же, как и кусковые моющие средства, полученные из исходных масел с йодным числом выше 37. Считают, что это связано с применением противоионов калия.

Как было отмечено, кусковые моющие средства, полученные из мыла, в свою очередь полученного из таких масел с более низким интервалом значений йодного числа, которые омыляют с образованием от 5 до 15% калиевого мыла, обладают превосходными свойствами; такие свойства включают более низкую склонность к износу и более низкую склонность к образованию кашицы, чем кусковые моющие средства, изготовленные из мыла, в свою очередь полученного из масел с более высоким йодным числом, или изготовленные из масел с тем же йодным числом, но омыленные с образованием, например, 100% натриевого мыла. Кроме того, совершенно неожиданно, кусковые моющие средства имеют пенообразование, сравнимое с кусковыми моющими средствами, полученными из более дорогих масел с более высоким йодным числом. Кроме того, в другом аспекте настоящего изобретения кусковые моющие средства согласно настоящему изобретению обеспечивают превосходную ароматическую паровую фазу ингредиентов отдушки над указанным кусковым моющим средством, а также превосходную паровую фазу над разбавленным кусковым моющим средством по сравнению с кусковыми моющими средствами, полученными из масел с более высоким йодным числом.

В целом, неожиданные эффекты, наблюдаемые на основе омыления с образованием от 5 до 15% калиевого мыла, являются весьма примечательными. В частности, примечательным является получение кусковых моющих средств, которые одновременно хорошо экструдируются (определенные значения твердости), имеют приемлемое растрескивание, характеризуются отличными склонностью к износу и склонностью к образованию кашицы и хорошо пенятся.

Также рассмотрен способ получения таких кусковых моющих средств с указанными свойствами, присутствующими одновременно, путем выбора масел с более низким йодным числом (от 0 до 37), омыления с обеспечением получения от 5 до 15% калиевого мыла (в массовых процентах относительно конечного кускового моющего средства) и экструдирования с получением конечного кускового моющего средства (в пределах определенного интервала твердости).

Краткое описание чертежей

На фиг. 1 видно, что омыление масел с йодным числом 32 с получением кусковых моющих средств, содержащих от 7 до 10% калиевого мыла (примеры 5, 6, 8, 9, 11 и 12), привело к получению кусковых моющих средств с пенообразованием, сравнимым или превосходящим пенообразование, образуемое кусковыми моющими средствами, полученными из исходных масел с йодным числом 39 (примеры А-С) и не содержащими калиевого мыла (примеры 4, 7 и 10). Поскольку кусковые моющие средства с высокой степенью ненасыщенности обычно пенятся лучше, чем кусковые моющие средства с высокой степенью насыщенности (например, кусковые моющие средства, полученные из масел с исходным йодным числом 39, как ожидается, будут пениться лучше, чем кусковые моющие средства, полученные из масел с исходным йодным числом 32), это демонстрирует поистине неожиданный характер образования кусковых моющих средств, содержащих от 5 до 15% калиевого мыла, при получении из масляного сырья с низким йодным числом.

На фиг. 2 и 3 можно заметить, что неожиданно смесь масел с низкой степенью ненасыщенности (например, кусковые моющие средства с йодным числом 32 или ниже) образует калиевые кусковые моющие средства согласно настоящему изобретению, имеющие более низкую склонность к износу и меньшую склонность к образованию кашицы. На фиг. 2 и 3 показано, что можно получать кусковые моющие средства с таким профилем твердости, чтобы обеспечивалась хорошая производительность (например, с твердостью в пределах определенного авторами настоящего изобретения интервала твердости и приемлемым растрескиванием), даже если кусковые моющие средства изготовлены из масел с йодным числом 32 (табл. 1 и 2 в примерах); кроме того, указанные характеристики обеспечиваются при сохранении отмеченных благоприятных свойств (низкая склонность к износу, невысокая склонность к образованию кашицы), связанных с маслами с более низким йодным числом.

Другими словами, кусковые моющие средства, изготовленные из масел с указанным йодным числом, обычно имеют значение твердости вне определенного авторами настоящего изобретения желаемого уровня. Согласно настоящему изобретению можно снизить твердость (используя определенное количество калиевого мыла), чтобы обеспечить, что конечные кусковые моющие средства имеют измеренные значения, которые попадают в определенный авторами настоящего изобретения интервал твердости и имеют приемлемое растрескивание, с сохранением при этом более низкой склонности к износу и более низкой склонности к образованию кашицы, которые характерны для кусковых моющих средств, полученных из масел с более низким йодным числом.

На фиг. 4 представлена шкала растрескивания от 0 до 5 и сопутствующие фотографии с изображением трещин, связанных с определенными значениями. Следует отметить, что испытание проводят в

условиях моделирования износа, определенных в протоколе. Оба испытания выполняют непосредственно после экструзии. Поскольку эти испытания моделируют чрезвычайно интенсивное применение и износ, которые, возможно, никогда не будут соответствовать активности применения большинством потребителей, баллы растрескивания не более значения 3 считают приемлемыми для осуществления задач настоящего изобретения.

Подробное описание изобретения

За исключением примеров, или где явно указано иное, все числа в данном описании, указывающие количества материала или условия реакции, физические свойства материалов и/или применение, следует понимать как модифицированные словом "примерно".

В настоящем документе интервалы используют в качестве сокращения для описания каждого значения, находящегося в пределах интервала. Любое значение в пределах интервала может быть выбрано в качестве конечной точки интервала.

Использование термина "и/или" указывает на то, что любой элемент из списка может быть выбран индивидуально или может быть выбрана любая комбинация из списка.

Во избежание неоднозначности толкования, слово "содержащий" означает "включающий", но не обязательно "состоящий из" или "состоит из". Другими словами, перечисленные стадии или варианты не являются исчерпывающими.

Если не указано иное, все проценты для количества или количеств используемых ингредиентов следует понимать как процентное содержание по массе в расчете на массу материала от общей массы композиции, при этом общее количество составляет 100%.

В одном аспекте настоящее изобретение относится к кусковым моющим средствам с высоким содержанием (от 50 до 90%, предпочтительно от 55 до 85 мас.%) жирных кислот, где количество мыла с K^+ (калиевое мыло) составляет от 5 до примерно 15 мас.% относительно композиции конечного кускового моющего средства. При количествах выше 15% экструдированная масса мыла, как правило, является слишком мягкой. Например, при более высоких количествах калиевое мыло обычно становится очень растворимым. В зависимости от концентрации, оно может быть жидким, пастообразным или подобным крему для бритья.

Кусковые моющие средства согласно настоящему изобретению имеют твердость от 3 до 5 кг при определении при 40°C с использованием проникновения 15 мм и характеризуются величиной растрескивания от 0 до 3.

Кроме того, конечные кусковые моющие средства предпочтительно имеют содержание воды от 13 до 25%, предпочтительно от 14 до 22%, более предпочтительно от 15 до 20%, еще более предпочтительно от 16 до 18 мас.% кускового моющего средства.

Предпочтительно кусковое моющее средство экструдировано из мыла, и мыло получают путем омыления исходного масла или масел со средним йодным числом от 0 до 37, предпочтительно от 2 до 37, предпочтительно от 10 до 35. Предпочтительно йодное число составляет от 25 до 35 и более предпочтительно от 30 до 35. При более высоких значениях йодного числа исходных масел (например, 30-37) количество образующегося калиевого мыла может находиться у нижней границы интервала (от 5 до 9% калиевого мыла), а для масел с более низким йодным числом количество образующегося калиевого мыла, как правило, находится у верхней границы интервала (например, при йодном числе 2-10 обычно можно применять 10-15% калиевого мыла). Необходимые точные количества калиевого мыла в интервале от 5 до 15% могут незначительно изменяться в зависимости от состава смеси масел. Так, например, как отмечалось ранее, даже если йодное число является одинаковым, если соотношение животного жира (или эквивалентного пальмового масла или пальмового стеаринового масла) и кокосового масла (или эквивалентного пальмоядрового масла) отличается (массовое соотношение животного жира к кокосовому маслу составляет 90/10 относительно массового соотношения 80/20), количество калиевой мыльной лапши в конечном кусковом моющем средстве может незначительно отличаться. Таким образом, соотношение 90/10 при омылении может приводить к получению слегка менее пластичного (более твердого) мыла и может потребовать образования большего количества калиевого мыла для обеспечения пластичности мыла, полученного омылением, которое при экструдировании будет обеспечивать конечные кусковые моющие средства с твердостью в желаемом интервале, по сравнению с количеством калиевого мыла, необходимым для получения кусковых моющих средств из масел с соотношением 80/20 с твердостью в том же предпочтительном интервале. Точное количество калиевого мыла (например, в пределах интервала от 5 до 15%) может быть легко определено специалистами в данной области техники путем выбора определенного количества, экструдирования с получением конечного кускового моющего средства и измерения твердости конечного кускового моющего средства (с применением испытания на твердость, изложенного в протоколе). Результаты данного испытания можно использовать для калибровки и определения необходимости незначительного увеличения или уменьшения количества образующегося калиевого мыла.

В целом, термин "мыло" используют для обозначения солей щелочных металлов или алканоламмониевых солей алифатических, алкановых или алкеновых монокарбоновых кислот, полученных из природных триглицеридов. Катионы натрия, калия, магния, моно-, ди- и триэтаноламмония или их комбина-

ции являются типичными противоионами карбоновой кислоты. Критический уровень применения конкретных количеств калиевого мыла и конечное влияние на обработку или свойства, такие как свойства настоящего изобретения, ранее не были известны. В "обычных" кусковых моющих средствах, используемых в данной области, обычно применяют натриевые мыла, и, как отмечено, при применении калиевого, магниевого или триэтаноламинового мыла конкретные критические уровни, описанные в рамках настоящего изобретения, неизвестны. В целом, мыла представляют собой хорошо известные соли щелочных металлов природных или синтетических алифатических (алкановых или алкеновых) кислот, содержащих от примерно 8 до примерно 22 атомов углерода, предпочтительно от примерно 10 до примерно 18 атомов углерода. Они могут быть описаны как карбоксилаты щелочных металлов, содержащие от примерно 8 до примерно 22 атомов углерода.

Мыла, имеющие распределение жирных кислот кокосового масла, могут обеспечить нижнюю границу широкого интервала молекулярной массы. Используемый в настоящем документе термин "кокосовое масло" относится к смесям жирных кислот, имеющим приблизительное распределение длин углеводородных цепей, составляющее 8% C₈, 7% C₁₀, 48% C₁₂, 17% C₁₄, 8% C₁₆, 2% C₁₈, 7% олеиновой и 2% линолевой кислот (первые шесть перечисленных жирных кислот являются насыщенными). Другие источники, имеющие сходные распределения длин углеводородных цепей, такие как пальмоядровое масло (PKO) и масло ядер бабассу, можно применять вместо или совместно с кокосовым маслом.

Мыло, имеющее распределение жирных кислот животного жира, может обеспечить верхнюю границу широкого интервала молекулярной массы. "Животный жир" определяется смесями жирных кислот, которые имеют приблизительное распределение длин углеводородных цепей, составляющее 2,5% C₁₄, 29% C₁₆, 23% C₁₈, 8% пальмитолеиновой, 41,5% олеиновой и 3% линолевой кислот (первые три перечисленные жирные кислоты являются насыщенными). Другие масла с аналогичными распределениями можно применять вместо или совместно с животным жиром. Они могут включать масла, полученные из различных животных жиров и сала. Для целей настоящего изобретения они также могут включать масла, такие как пальмовое масло (PO) или пальмовое стеариновое масло (PSO).

Мыла могут быть разделены на три основные категории, которые различаются по длине углеводородной цепи, т.е. длине цепи жирной кислоты, и является ли жирная кислота насыщенной или ненасыщенной.

Для целей настоящего изобретения указанные классификации представляют собой

"лауриновые" мыла, которые включают мыла, которые получены преимущественно из насыщенных жирных кислот от C₁₂ до C₁₄, т.е. лауриновой и миристиновой кислот, но могут содержать незначительные количества мыл, полученных из жирных кислот с более короткой цепью, например C₁₀;

"стеариновые" мыла, которые включают мыла, которые получены преимущественно из насыщенных жирных кислот от C₁₆ до C₁₈, т.е. пальмитиновой и стеариновой кислот, но могут содержать незначительные количества насыщенных мыл, полученных из жирных кислот с более длинной цепью, например C₂₀;

"олеиновые" мыла, которые включают мыла, которые получены из ненасыщенных жирных кислот, включая преимущественно олеиновую кислоту (C_{18:1}), линолеовую кислоту (C_{18:2}), миристолеиновую кислоту (C_{14:1}) и пальмитолеиновую кислоту (C_{16:1}), а также незначительные количества ненасыщенных и полиненасыщенных жирных кислот с более длинной и более короткой цепью.

Кокосовое масло, применяемое для мыла, может быть полностью или частично замещено другими "высоколауриновыми" или "богатыми лауриновой кислотой" маслами, т.е. маслами или жирами, в которых по меньшей мере 45% от общего количества жирных кислот состоят из лауриновой кислоты, миристиновой кислоты и их смесей. Примеры этих масел в целом представляют собой тропические ореховые масла класса кокосового масла. Например, они включают пальмоядровое масло, масло бабассу, масло оурикури, масло тукума, масло кохуна, масло мурумuru, масло джаботи, масло хакана, масло ореха дика и масло кунхуба.

Когда нагревают твердую массу, которая содержит смесь лауринового, стеаринового и олеинового мыла, лауриновые и олеиновые мыла, которые лучше растворимы в воде и имеют более низкие температуры плавления, чем стеариновые мыла, смешиваются с водой и другими компонентами, присутствующими в композиции, с образованием более или менее текучей жидкой кристаллической фазы в зависимости от содержания воды и температуры. Такой переход лауринового и олеинового мыла из твердого вещества в жидкую кристаллическую фазу обеспечивает пластичность массы, которая позволяет ей смешиваться и подвергаться обработке при сдвиге, т.е. масса является термопластичной.

Для экструзии и штамповки обычных кусковых моющих средств с высокой скоростью (по меньшей мере 200 кусков в минуту), йодное число исходных масел (из которых получают мыльную лапшу), как правило, по наблюдениям составляет примерно 39. Если йодное число ниже (например, 32), часто наблюдалось, что обычное кусковое моющее средство имеет значение твердости выше 5 кг, т.е. в интервале, который ранее не связывали с идеально высокой производительностью экструзии мыльной лапши. В таком интервале твердости полученные кусковые моющие средства обычно имеют чрезмерное растрескивание (величина растрескивания составляет 4 или 5). Насколько известно авторам изобретения, конкретное количество калиевого мыла, которое было определено авторами изобретения, и способность

обеспечивать снижение твердости мыла, вследствие чего оно хорошо подвергается обработке (с высокой скоростью) при одновременном отсутствии чрезмерного растрескивания, не раскрыто в уровне техники.

Следует отметить, что количество мыла жирной кислоты в кусковом моющем средстве составляет 50% или более, предпочтительно 55% или более (например, 65-90 мас.%).

Поверхностно-активные вещества, отличные от мыла (обычно называемые "синтетические поверхностно-активные вещества" или "синдеты"), необязательно могут быть включены в кусковые моющие средства в количествах, в целом не более примерно 10%, предпочтительно в количествах от примерно 2 до примерно 7 мас.% кускового моющего средства. Примеры подходящих синдетов описаны ниже.

Кусковое моющее средство может включать структурирующие агенты. Они могут включать один или более полисахаридных структурирующих агентов, выбранных из группы, состоящей из крахмала, целлюлозы и их смесей; одного или более многоатомных спиртов; и, необязательно, нерастворимого в воде материала в форме частиц. Структурирующие агенты могут, отдельно или в комбинации, составлять от 0 до 25 мас.% от композиции кускового моющего средства.

Подходящие крахмальные материалы включают природный крахмал (из кукурузы, пшеницы, риса, картофеля, тапиоки и т.д.), прежелатинизированный крахмал, физически и химически модифицированный крахмал и их смеси. Термин природный крахмал, также известный как сырой или нативный крахмал, обозначает крахмал, который не подвергался дальнейшей химической или физической модификации, кроме стадий, связанных с разделением и измельчением.

Предпочтительным крахмалом является природный или нативный крахмал (обычно также известный как сырой крахмал) из маиса (кукурузы), маниоки, пшеницы, картофеля, риса и других природных источников. Сырой крахмал с различным соотношением амилозы и амилопектина включает кукурузный (25% амилозы); крахмал из восковой кукурузы (0%); кукурузный крахмал с большим количеством амилозы (70%); картофельный (23%); рисовый (16%); крахмал из саго (27%); крахмал из маниоки (18%); пшеничный крахмал (30%) и другие. Сырой крахмал может быть использован непосредственно или модифицирован в процессе получения композиции кускового моющего средства таким образом, что крахмал становится частично или полностью желатинизированным.

Другим подходящим крахмалом является прежелатинизированный крахмал, который представляет собой крахмал, который был желатинизирован до добавления в качестве ингредиента в композиции кусковых моющих средств согласно настоящему изобретению. Доступны различные формы, которые будут желироваться при различных температурах, например, диспергируемый в холодной воде крахмал. Один подходящий доступный на рынке прежелатинизированный крахмал поставляется компанией National Starch Co. (Brazil) под торговым названием FARMAL CS 3400, но другие доступные на рынке материалы, имеющие сходные характеристики, являются подходящими.

Подходящие целлюлозные материалы включают микрокристаллическую целлюлозу, гидроксиалкил-алкилцеллюлозный эфир и их смесь.

Предпочтительный целлюлозный материал представляет собой микрокристаллическую целлюлозу (высококристаллическая целлюлоза в форме частиц, состоящая в основном из кристаллических агрегатов), которую получают путем удаления аморфных волокнистых целлюлозных областей очищенного исходного целлюлозного материала путем гидролитического расщепления. Как правило, это осуществляют с применением сильной минеральной кислоты (например, хлористого водорода). Способ кислотного гидролиза обеспечивает микрокристаллическую целлюлозу с преимущественно крупнозернистыми агрегатами частиц, как правило, среднего размера в интервале от 10 до 40 мкм. Одну подходящую доступную на рынке микрокристаллическую целлюлозу предоставляет компания FMC Biopolymer (Brazil) под торговым наименованием AVICEL GP 1030, но другие доступные на рынке материалы, имеющие сходные характеристики, являются подходящими.

Предпочтительным полисахаридным структурирующим агентом является крахмал, наиболее предпочтительно природный крахмал (сырой крахмал), прежелатинизированный крахмал, химически модифицированный крахмал или их смеси. Предпочтительным является сырой крахмал.

Многоатомный спирт - это термин, используемый в настоящем документе для обозначения соединения, содержащего несколько гидроксильных групп (по меньшей мере две, предпочтительно по меньшей мере три), который хорошо растворим в воде, предпочтительно легко растворим в воде.

Доступно множество типов многоатомных спиртов, в том числе: полигидроксисоединения с относительно низкой молекулярной массой с короткой цепью, такие как глицерин и пропиленгликоль; сахара, такие как сорбит, маннит, сахароза и глюкоза; модифицированные углеводы, такие как гидролизованный крахмал, декстрин и мальтодекстрин, и синтетические полимерные многоатомные спирты, такие как полиалкиленгликоли, например полиоксиэтиленгликоль (ПЭГ) и полиоксипропиленгликоль (ППГ).

Предпочтительные многоатомные спирты представляют собой соединения с относительно низкой молекулярной массой, которые или представляют собой жидкость, или легко образуют стабильные высококонцентрированные водные растворы, например более 50% и предпочтительно 70 мас.% или более. К ним относятся многоатомные спирты с низкой молекулярной массой и сахара.

Наиболее предпочтительные многоатомные спирты представляют собой глицерин, сорбит и их смеси.

Предпочтительные неорганические материалы в форме частиц включают тальк и карбонат кальция.

Тальк представляет собой минерал силикат магния с пластинчатой структурой, представленный химической формулой $Mg_3Si_4(O)_{10}(OH)_2$, и может быть доступен в форме гидрата. Тальк имеет пластинчатую морфологию, а также, по существу, является олеофильным/гидрофобным.

Карбонат кальция или мел существует в трех кристаллических формах: кальцит, арагонит и ватерит. Природная морфология кальцита является ромбоэдрической или кубической, игольчатой или дендритной для арагонита и сфероидальной для ватерита.

В промышленных масштабах карбонат кальция или мел (осажденный карбонат кальция) получают способом карбонизации, в котором газообразный диоксид углерода барботируют через водную суспензию гидроксида кальция. В этом способе тип кристаллов карбоната кальция представляет собой кальцит или смесь кальцита и арагонита.

Примеры других необязательных нерастворимых неорганических материалов в форме частиц включают алюмосиликаты, алюминаты, силикаты, фосфаты, нерастворимые сульфаты, бораты и глины (например, каолин, фарфоровую глину) и их комбинации.

Органические материалы в форме частиц включают нерастворимые полисахариды, такие как высококошпигий или несольбулизированный крахмал (например, посредством взаимодействия с гидрофобным веществом, таким как октилсульфинат); синтетические или природные полимеры, такие как различные полимерные структуры и суспензии полимеров и их смеси.

Кусковые моющие средства могут содержать агенты против растрескивания, такие как карбоксиметилцеллюлоза, акрилатные полимеры и их смеси.

Кусковые моющие средства содержат воду в количестве от 10 до 25 мас.%. Нижняя граница содержания воды может составлять 11, или 12, или 13%, а верхняя граница содержания воды может составлять 24 или 22%.

В качестве возможных необязательных ингредиентов, в кусковом моющем средстве могут присутствовать различные дополнительные электролиты (в дополнение к мылу жирной кислоты и другим заряженным поверхностно-активным веществам, которые являются электролитами), особенно содержащие катионы щелочных металлов. Данные электролиты присутствуют либо в результате омыления и нейтрализации жирных кислот, например, NaCl, полученный в результате омыления гидроксидом натрия и нейтрализации соляной кислотой, или в виде добавленных солей, таких как сульфат натрия или калия, которые можно применять для регулирования твердости. Различные электролиты можно применять в умеренных количествах, если они не являются сильными моющими компонентами детергента, или иным образом не препятствуют эффективности агентов против растрескивания.

Количество электролитов должно составлять менее 2,0%, предпочтительно менее 1,5%, предпочтительно не более примерно 1,0%, предпочтительно не более и включительно 0,8%, например от 0,1 до 0,8%. В этом случае дополнительный электролит, отличный от хлорида натрия (NaCl), не является необходимым. По меньшей мере в одном варианте композиции согласно настоящему изобретению не содержат электролита, отличного от NaCl.

Композиции кусковых моющих средств необязательно могут включать синтетические поверхностно-активные вещества, отличные от мыла (детергенты) - так называемые "синдеты". Синдеты могут включать анионные поверхностно-активные вещества, неионные поверхностно-активные вещества, амфотерные или цвиттерионные поверхностно-активные вещества и катионные поверхностно-активные вещества.

Количество синтетического поверхностно-активного вещества, присутствующего в кусковом моющем средстве отдельно или в комбинации, в целом составляет не более примерно 10% в непрерывной фазе, хотя добавление в кусковые моющие средства более высокого их количества может быть предпочтительным для некоторых способов применения. Некоторые варианты реализации согласно настоящему изобретению включают синдеты в количестве от примерно 2 до 10%, предпочтительно от примерно 4 до примерно 10%.

Термин "модификатор скольжения" в настоящем документе обозначает материалы, которые, при присутствии в относительно низких количествах (обычно менее 1,5% относительно общей массы композиции кускового моющего средства), значительно уменьшают ощущаемое трение между мокрым кусковым моющим средством и кожей. Наиболее подходящие модификаторы скольжения применяют, отдельно или в комбинации, в количестве 1% или менее, предпочтительно от 0,05 до 1% и более предпочтительно от 0,05 до 0,5%.

Модификаторы скольжения особенно подходят для композиций кусковых моющих средств, которые содержат крахмал/целлюлозу и/или нерастворимые частицы, количества которых приближаются к верхней границе интервала концентрации применения для таких веществ, например, 30-40% для крахмала с содержанием нерастворимого материала в виде частиц в количестве 5-10%. Было обнаружено, что включение более высокого количества крахмала и/или нерастворимых частиц увеличивает трение между мокрой кожей и кусковым моющим средством, а кусковые моющие средства ощущаются как "зернистые" (имеют высокий кажущийся уровень сцепления трущихся об кожу "зернышек"). Хотя некоторые потребители не возражают против этого сенсорного свойства, в то же время другие не любят данное ощущение. В целом, потребители предпочитают кусковые моющие средства, которые, как предполагается,

ся, легко скользят по их коже и воспринимаются как скользкие.

Было обнаружено, что некоторые гидрофобные материалы, включенные в состав небольших количествах, могут значительно снизить трение между мокрой кожей и кусковым моющим средством, содержащим более высокие количества крахмала и/или нерастворимых частиц, для повышения одобрения потребителя.

Подходящий модификатор скольжения включает вазелин, воски, ланолины, полиалканы, -алкены, -полиалкаленоксиды, высокомолекулярные полиэтиленоксидные смолы, силиконы, полиэтиленгликоли и их смеси.

Особенно подходящими модификаторами скольжения являются высокомолекулярные полиэтиленоксидные гомополимерные смолы, имеющие молекулярную массу от примерно 100000 до примерно 7000000. Данные полимеры имеют степень полимеризации от примерно 2000 до примерно 100000. Данные полимеры доступны в виде белых порошков.

Предпочтительно молекулярная масса полиэтиленоксидной смолы составляет более 80000, более предпочтительно по меньшей мере 100000 Да и наиболее предпочтительно по меньшей мере 400000 Да. Примерами подходящих высокомолекулярных полиэтиленоксидных смол являются водорастворимые смолы, поставляемые Dow Chemical Company под торговым наименованием POL VOX. Примером является WSR N-301 (молекулярная масса 4000000 Да).

Адьюванты представляют собой ингредиенты, которые улучшают эстетические свойства кускового моющего средства, в частности, визуальные, тактильные свойства, а также свойства проявления аромата, либо непосредственно (отдушки), либо косвенно (консерванты). Кусковые моющие средства согласно настоящему изобретению могут включать большое разнообразие необязательных ингредиентов. Примеры адьювантов включают, но не ограничиваются ими, отдушки; опалесцирующие агенты, такие как жирные спирты, этоксилированные жирные кислоты, твердые сложные эфиры и TiO_2 ; красители и пигменты; перламутровый агент, такой как слюда, покрытая TiO_2 , и другие интерферирующие пигменты; пластинчатые зеркальные частицы, такие как органические блестки; сенсаты, такие как ментол и имбирь; консерванты, такие как диметиллолдиметилгидантоин (Glydant XL 1000), парабены, сорбиновая кислота и т.п.; антиоксиданты, такие как, например, бутилгидрокситолуол (BHT); хелатирующие агенты, такие как соли этилендиаминтетрауксусной кислоты (ЭДТА) и тринатрий этидронат (присутствующий в количестве менее примерно 0,3%); стабилизаторы эмульсии; вспомогательные загустители; буферные агенты; и их смеси.

Количество перламутрового агента, если он присутствует, должно составлять от примерно 0,1 до примерно 3%, предпочтительно от примерно 0,1 до 0,5% и наиболее предпочтительно от примерно 0,2 до примерно 0,4% относительно общей массы композиции.

Адьюванты, в общем, обычно относят к "второстепенным агентам" в области мыловарения, и адьюванты обычно включают, по меньшей мере, краситель (красители и пигменты), отдушку, консерванты и остаточные соли и масла после процесса получения мыла, а также различные эмоциогенные ингредиенты, такие как гамамелис. Второстепенные агенты в целом составляют от 4 до 10 мас.% общей непрерывной фазы композиции, предпочтительно от 4 до 8% и часто примерно 5-7% непрерывной фазы.

Свободные жирные кислоты (FFA) в количестве не более 3%, такие как жирная кислота кокосового масла, жирная кислота РКО, лауриновая кислота, обычно применяют в кусковых моющих средствах для улучшения качества и процесса в целом. Свободная жирная кислота в количестве выше 3% приводит к получению мягкой и липкой массы и отрицательно сказывается на качестве кускового моющего средства. По меньшей мере в одной форме количество FFA в композициях согласно настоящему изобретению составляет от 0,05 до 3%, предпочтительно от 0,1 до 2%, более предпочтительно от 0,1 до 1,5 мас. %.

Определенный класс необязательных ингредиентов, выделенных в настоящем документе, представляет собой агенты, благотворно влияющие на кожу, включенные для улучшения здоровья и состояния кожи и волос. Потенциальные благотворно влияющие агенты включают, но не ограничиваются ими, липиды, такие как холестерин, керамиды и псевдокерамиды; противомикробные агенты, такие как триклозан; солнцезащитные средства, такие как циннаматы; отшелушивающие частицы, такие как гранулы полиэтилена, скорлупа грецкого ореха, абрикосовые косточки, цветочные лепестки и семена, а также неорганические агенты, такие как диоксид кремния и пемза; дополнительные эмоленты (агенты, смягчающие кожу), такие как спирты с длинной цепью, и воски, такие как ланолин; дополнительные увлажняющие агенты; средства, тонизирующие кожу; питательные вещества для кожи, например витамины, такие как витамины С, D и E, и эфирные масла, например, бергамота, цитруса сорта Уншиу, айра и подобные; растворимые или не растворимые в воде экстракты авокадо, винограда, виноградных косточек, мирры, огурца, водяного кресса, календулы, черной бузины, герани, цветков липы, амаранта, морских водорослей, гинкго, женьшеня, моркови; бальзамина двухцветкового, каму-каму, листьев aprina и другие растительные экстракты, такие как гамамелис, и их смеси.

Композиция может также включать различные другие активные ингредиенты, которые обеспечивают дополнительное благотворное влияние на кожу (в том числе на кожу головы). Примеры включают агенты против акне, такие как салициловая кислота и резорцин; серосодержащие D- и L-аминокислоты и их производные и соли, в частности их N-ацетил-производные; агенты против морщин, агенты против

атрофии кожи и активные вещества для восстановления кожи, такие как витамины (например, А, Е и К), алкиловые сложные эфиры витаминов, минеральные вещества, магний, кальций, медь, цинк и другие металлические компоненты; ретиноевую кислоту и сложные эфиры и производные, такие как ретиналь и ретинол, соединения витамина В3, α -гидроксикислоты, β -гидроксикислоты, например салициловую кислоту и ее производные; агенты, успокаивающие кожу, такие как алоэ вера, масло жожоба, производные пропионовой и уксусной кислот, производные фенаминовой кислоты; искусственные дубильные агенты, такие как дигидроксиацетон, тирозин; сложные эфиры тирозина, такие как этилтирозинат и глюкозатирозинат; агенты для осветления кожи, такие как экстракт алоэ и ниацинамид, α -глицерил-L-аскорбиновая кислота, аминотироксин, лактат аммония, гликолевая кислота, гидрохинон, 4-гидроксианизол, агенты, стимулирующие образование себума, такие как брионоловая кислота, дегидроэпиандростерон (DHEA) и оризано; агенты, ингибирующие образование себума, такие как гидроксид алюминия, кортикостероиды, дегидроуксусная кислота и ее соли, дихлорфенил имидазолдиоксолан (доступный от Elubiol); антиоксиданты, ингибиторы протеазы; агенты, подтягивающие кожу, такие как терполимеры винилпирролидона, (мет)акриловой кислоты и гидрофобного мономера, состоящего из алкил(мет)акрилатов с длинной цепью; противозудные агенты, такие как гидрокортизон, метдиллизин (methdilizine) и тримепразин, ингибиторы роста волос; ингибиторы $5\text{-}\alpha$ -редуктазы; агенты, усиливающие отшелушивание; агенты против гликирования; агенты против перхоти, такие как цинк пиридинтион; усилители роста волос, такие как финастерид, миноксидил, аналоги витамина D и ретиноевая кислота и их смеси.

Независимо от используемого необязательного агента или агентов, их количество следует выбирать таким образом, чтобы композиция представляла собой экструдированную массу (твердость по пенетрометру, измеренная при температуре 40°C, составляет от 3 до 5 кг кПа; предпочтительно кусковые моющие средства имеют предел текучести от 350 до 2000 кПа), и кусковые моющие средства, полученные из указанной композиции, в целях удобства имеют индекс растрескивания 3 или менее. Индекс растрескивания основан на шкале, в которой степень растрескивания может быть определена визуально (см. фиг. 4), как описано в протоколе. Предел текучести относится к статическому пределу текучести. Он является эквивалентным пределу прочности, и его рассчитывают, как указано в разделе "Протокол" ниже, также с применением устройства пенетрометра.

Как уже упоминалось, при омылении исходных масел важно, чтобы образовалось от 5 до 15% калиевого мыла. Точное количество в пределах этого интервала легко определить путем калибровки с применением испытания на твердость. Обеспечение правильного интервала получения калиевой мыльной лапши (а более определенно, правильного интервала или количества в пределах этого интервала, которое может быть легко определено специалистами в данной области) неожиданным образом позволяет применять исходное масло или масла с йодным числом от 0 до 37, что ниже, чем считалось бы необходимым для получения кусковых моющих средств, имеющих предпочтительные значения твердости, как определено, и при этом без чрезмерного растрескивания; более того, этого достигают при сохранении преимуществ для потребителя, связанных с используемыми маслами с более низким йодным числом. Кроме того, при применении масел с более низким йодным числом авторы настоящего изобретения получили пенообразование, сравнимое с применением масел с высоким йодным числом, а также неожиданное повышение эффективности отдушки. Следует отметить, что теоретически можно применять одно масло (а не смесь), но смеси являются предпочтительными. Кроме того, например, масла с йодным числом, составляющим ноль, как полагают, не существует в природе, но могут быть получены дистиллированные фракции для получения желаемых значений йодного числа.

Кусковые моющие средства, содержащие агенты, благотворно влияющие на кожу, согласно настоящему изобретению предпочтительно дополнительно содержат эфирные масла.

Эфирное масло включает натуральные или синтетические ароматизаторы, в том числе натуральные масла, синтетические отдушки. Оно может представлять собой вещество, выбранное из отдушки, терпена, терпеноида, различных других эфирных масел (которые могут включать противомикробное эфирное масло или его активное вещество или их смесь) или синтетическое вещество, обладающее ароматизирующими свойствами, особенно выбранное из альдегидов, сложных эфиров, кетонов, ионов, простых эфиров и спиртов. Ароматизирующее вещество может представлять собой сложную парфюмерную композицию, содержащую смесь различных терпенов, терпеноидов, эфирных масел, синтетических ароматизирующих или более чистых соединений. В растворе массовый процент указанной парфюмерной композиции или вещества может составлять от 1 до 10% и особенно от 3 до 10% и, в частности, приблизительно равен 5% или приблизительно равен 10% (мас.% от общей массы кускового моющего средства).

"Ароматизирующий" обозначает обнаруживаемое вещество, ощущаемое по запаху субъектом и/или посредством ольфактометрии в соответствии с известными уровнями техники. Пример способа обнаружения ароматизирующего вещества описан в EP 0003088. Можно применять другие способы обнаружения ароматизирующего вещества, такие как хроматографические методы в газовой фазе спектроскопии Niase или анализ инфракрасного поглощения.

Термин "терпены" обозначает углеводороды, в которых основным членом является изопрен, моле-

кулярная формула которых включает множество групп из 5 атомов углерода, особенно терпены, в частности, содержащие от 10 до 15 атомов углерода, применяемые в парфюмерии.

Под "терпеноидом" подразумевают производные терпенов, например спирты, фенолы, кетоны, альдегиды, сложные эфиры, простые эфиры.

Следующий перечень ароматизирующих веществ, предложенных для иллюстративных целей, ни в коем случае не является исчерпывающим:

терпены: пирен, камфен, лимонен, кадинен, (hull), кариофиллен,

спирты: линалоол, гераниол, ментол, цитронеллол, кетоны, ментон, карвон, β -ионон, туйон, камфора, циклопентадеканон,

альдегиды: цитраль, цитрональ, цитронеллаль, коричный альдегид, лилиаль,

сложные эфиры: линалилацетат, метилацетат, геранилацетат, геранилсукцинат, фенолы, тимол, карвакрол, эвгенол, изоэвгенол,

эфиры: анетол, эвкалиптол, цинеол, розеноксид.

Эфирные масла могут представлять собой масла иланг-иланга, бергамота, эвкалипта, лаванды, лаванды, лемонграсса, пачули, мяты перечной, сосны, розы, кориандра, сиу, шалфея, герани, пальмарозы, лица кубеба, лимона, лемонграсса, цветка апельсина, грейпфрута, лайма, мандарина, танжерина, апельсина, каепута, камфарного дерева, розмарина, аниса, звездчатого аниса, фенхеля, базилика, эстрагона, гвоздики, перца, тимьяна, сассафраса, полыни горькой, полыни обыкновенной, кедра, иссопа, бархатцев (*Tagetes of street*), элеми, гальбанума, можжевельных ягод, кабреувы, гваякового дерева, сандалового дерева, ветивера, амбретта, ангелики, корня фиалки, моркови, сельдерея, тмина, любистока, петрушки, корицы, кардамона, имбиря, мускатного ореха, перца, ладана, мирры, перуанского бальзамового дерева, стиракса, бучу, ромашки или ладанника (Jean Garnero, "Essential oils" engineering techniques, physicochemical constants Treaty, K-345).

Типичный парфюмерный материал, который может составлять часть или, возможно, весь активный ингредиент, включает природные эфирные масла, такие как масло лимона, масло мандарина, масло листьев гвоздики, петигреновое масло, масло кедрового дерева, масло пачули, масло лавандина, масло нероли, масло иланга, абсолютное масло розы или абсолютное масло жасмина, природные смолы, такие как смола ладанума или смола олибанума; отдельные парфюмерные химические вещества, которые могут быть выделены из природных источников или получены путём синтеза, например, спирты, такие как гераниол, нерол, цитронеллол, линалоол, тетрагидрогераниол, бетафенилэтиловый спирт, метилфенилкарбинол, диметилбензилкарбинол, ментол или цедрол; ацетаты и другие сложные эфиры, полученные из таких спиртов; альдегиды, такие как цитраль, цитронеллаль, гидроксцитронеллаль, лауриновый альдегид, ундециленовый альдегид, циннамальдегид, амилкоричный альдегид, ванилин или гелиотропин; ацетали, полученные из таких альдегидов; кетоны, такие как метилгексилкетон, иононы и метилиононы; фенольные соединения, такие как эвгенол и изоэвгенол; синтетические мускусы, такие как мускус ксиллол, мускус кетон и этиленбрасиллат; и другие материалы, обычно используемые в области парфюмерии. Как правило, по меньшей мере пять и, обычно, по меньшей мере десять таких материалов будут присутствовать в качестве компонентов активного ингредиента.

Помимо ароматизирующего материала также могут быть включены летучие инсектициды, бактерициды, феромоны и смягчители тканей.

Как отмечено, можно применять противомикробные эфирные масла и их активные вещества или смеси.

Такие противомикробные эфирные масла включают, но не ограничиваются ими, полученные из тимьяна, лемонграсса, цитрусовых, лимонов, апельсина, аниса, гвоздики, анисового семени, сосны, корицы, герани, роз, мяты, лаванды, лимонника, эвкалипта, мяты перечной, камфоры, айована, сандалового дерева, розмарина, вербены, подорожника, лемонграсса, ратании, кедра, и их смеси. Предпочтительными противомикробными эфирными маслами для применения в настоящем изобретении являются масло тимьяна, масло гвоздики, масло корицы, масло герани, масло эвкалипта, масло мяты перечной, масло лимонника, масло айована, масло мяты или их смеси.

Активные вещества эфирных масел, которые можно применять согласно настоящему документу, включают, но не ограничиваются ими, тимол (присутствует, например, в тимьяне, айоване), эвгенол (присутствует, например, в корице и гвоздике), ментол (присутствует, например, в мяте), гераниол (присутствует, например, в герани и розе, цитронелле), вербеной (присутствует, например, в вербене), эвкалиптол и пинокарвон (присутствует в эвкалипте), цедрол (присутствует, например, в кедре), анетол (присутствует, например, в анисе), карвакрол, хинокитиол, берберин, феруловую кислоту, коричную кислоту, метилсалициловую кислоту, метилсалицилат, терпинеол, лимонен и их смеси. Предпочтительными активными веществами эфирных масел, которые применяют согласно настоящему изобретению, являются тимол, эвгенол, вербеной, эвкалиптол, терпинеол, коричная кислота, метилсалициловая кислота, лимонен, гераниол или их смеси.

Тимол может быть доступен на рынке, например, от компании Aldrich - Manheimer Inc, эвгенол может быть доступен на рынке, например, от компании Sigma, Systems - Bioindustries (S81) - Manheimer Inc.

Предпочтительно противомикробное эфирное масло или его активное вещество или их смесь при-

сутствуют в композиции в количестве не более 20 мас.% композиции в целом, предпочтительно в количестве по меньшей мере от 0,003 до 10%, более предпочтительно от 0,006 до 10%, еще более предпочтительно от 0,01 до 8% и наиболее предпочтительно от 0,03 до 3%.

Кусковые моющие средства, которые содержат эфирные масла, содержат такие композиции, которые указаны в первом аспекте настоящего изобретения.

Кусковые моющие средства согласно настоящему изобретению, полученные из масел с йодным числом 0-37, омыленных с образованием от 5 до 15% калиевого мыла (в свою очередь экструдированных с получением конечных кусковых моющих средств), обеспечивают неожиданно улучшенную паровую фазу над кусковым моющим средством или над разбавленным кусковым моющим средством относительно кускового моющего средства, в котором исходное масло имеет более высокое йодное число (например, 39), и калиевое мыло не образуется.

Протокол.

1) Твердость.

Протокол испытания на твердость.

Принцип.

30° коническая насадка проникает в образец мыла/синдета с заданной скоростью до предварительно определенной глубины. Регистрируют сопротивление, возникающее на определенной глубине. Требования к размеру или массе испытуемого образца отсутствуют, за исключением того, что кусковое моющее средство/заготовка должны быть больше, чем проникновение конуса (15 мм), и иметь достаточную площадь. Зарегистрированный результат сопротивления также связан с пределом текучести, и предел текучести можно рассчитать, как указано ниже. Твердость (и/или рассчитанный предел текучести) может быть измерена с помощью различных методов с применением пенетрометра. В настоящем изобретении, как отмечено выше, применяют насадку, которая проникает на глубину 15 мм.

Прибор и оборудование TA-XT Express (Stable Micro Systems) 30° коническая насадка - Деталь #P/30c (Stable Micro Systems).

Методика отбора проб.

Данное испытание можно применять к заготовкам из пресса, готовым кусковым моющим средствам или небольшим кускам мыла/синдета (лапша, гранулы или кусочки). В случае заготовок куски размера, подходящего для TA-XT, (9 см), можно вырезать из более крупного образца. В случае гранул или кусочков, которые слишком малы для фиксации в TA-XT, для получения одной пластинки из нескольких элементов лапши, достаточно большой для проведения испытания, применяют приспособление для сжатия.

Процедура.

Настройка TA-XT Express.

Указанные настройки необходимо вводить в систему только один раз. Они сохраняются и загружаются всякий раз, когда прибор снова включают. Это гарантирует, что настройки являются постоянными, и что все экспериментальные результаты легко воспроизводимы.

Установить метод тестирования.

Нажать MENU.

Выбрать TEST SETTINGS (нажать 1).

Выбрать TEST TPE (нажать 1).

Выбрать опцию 1 (CYCLE TEST) и нажать ОК.

Нажать MENU.

Выбрать TEST SETTINGS (нажать 1).

Выбрать PARAMETERS (нажать 2).

Выбрать PRE TEST SPEED (нажать 1).

Тип 2 (мм с⁻¹) и нажать ОК.

Выбрать TRIGGER УСИЛИЕ (нажать 2).

Тип 5 (г) и нажать ОК.

Выбрать TEST SPEED (нажать 3).

Тип 1 (мм с⁻¹) и нажать ОК.

Выбрать RETURN SPEED (нажать 4).

Тип 10 (мм с⁻¹) и нажать ОК.

Выбрать DISTANCE (нажать 5).

Тип 15 (мм) для заготовок мыла или 3 (мм) для пластинок мыла и нажать ОК.

Выбрать TIME (нажать 6).

Тип 1 (CYCLE).

Калибровка.

Прикрутить насадку на держатель для насадок. Нажать MENU.

Выбрать OPTIONS (нажать 3).

Выбрать CALIBRATE УСИЛИЕ (нажать 1) - прибор запросит пользователя проверить, является ли калибровочная платформа чистой. Нажать ОК для продолжения и дождаться готовности прибора. Поместить 2 кг калибровочную массу на калибровочную платформу и нажать ОК. Подождать, пока не поя-

вится сообщение "калибровка завершена", и снять массу с платформы.

Измерение образца.

Вырезанную заготовку после экструзии (максимум 30 мин) поместить на платформу для испытаний.

Насадку поместить вблизи поверхности заготовки (без касания), нажимая стрелки UP или DOWN. Нажать RUN.

Снять показания (г или кг) на целевом расстоянии (Fin). После выполнения испытания насадка возвращается в исходное положение. Удалить образец с платформы и зарегистрировать его температуру.

Расчёт и представление результатов.

Результат.

Результатом данного испытания является снятие показаний с ГА-ХТ в виде "усилия" (R_T) в г или кг при целевом расстоянии проникновения в сочетании с измерением температуры образца (в настоящем изобретении усилие измеряли в кг при 40°C на расстоянии 15 мм).

Показание усилия может быть преобразовано в предел прочности согласно уравнению 2.

Уравнение для преобразования показаний ГА-ХТ в предел прочности представляет собой

$$\sigma = \frac{1}{C} \frac{R_T g_c}{A}$$

где: σ = предел прочности,

C = "коэффициент относительного давления" (1,5 для конуса 30°),

g_c = ускорение свободного падения,

A = проецируемая площадь конуса = $\pi(d \tan \frac{1}{2} \theta)^2$,

d = глубина проникновения,

θ = угол конуса.

Для конуса 30° при проникновении на 15 мм уравнение 2 представляет собой

$$\sigma \text{ (Pa)} = R_T \text{ (g)} \times 128.8$$

Данный предел прочности эквивалентен статическому пределу текучести, измеренному посредством пенетрометра.

Скорость растяжения представляет собой

$$\dot{\epsilon} = \frac{V}{d \tan(\frac{1}{2} \theta)}$$

где $\dot{\epsilon}$ = скорость растяжения (s^{-1}),

V = скорость конуса. Для конуса 30°, движущегося с 1 мм/с, $\dot{\epsilon} = 0,249 s^{-1}$.

Температурная коррекция.

Твердость (предел текучести) составов кусковых моющих средств для очищения кожи является чувствительной к температуре. Для значимых сравнений показание на целевом расстоянии (R_T) должно быть скорректировано по стандартной эталонной температуре (обычно 40°C) в соответствии со следующим уравнением:

$$R_{40} = R_T \times \exp[\alpha(T-40)]$$

где R_{40} = показания при эталонной температуре (40°C),

R_T = показания при температуре T ,

α = коэффициент температурной коррекции,

T = температура, при которой проводили анализ образца.

Коррекцию можно применять для предела прочности.

Исходные и обработанные данные.

Конечным результатом является усилие или предел прочности, скорректированные по температуре, но также необходимо зарегистрировать показания прибора и температуру образца.

2) Объем пенообразования (фиг. 1).

Определения.

Объем пенообразования связан с количеством воздуха, которое способна захватывать данная композиция кускового моющего средства при стандартных условиях.

Принцип.

Пенообразование осуществляют квалифицированные специалисты с применением стандартизованного способа. Пену собирают и измеряют ее объем.

Прибор и оборудование.

Емкость для промывания - 1 на оператора, вместимостью 10 л.

Мыльницы для просушивания - 1 на образец.

Резиновые хирургические перчатки - согласно Британскому стандарту BS 4005 или эквивалентные (см. примечание 14ii).

Интервал размеров, подходящий для всех специалистов.

Высокий цилиндрический стеклянный стакан - 400 мл, градуированный через 25 мл (Pyrex n°1000).

Термометр - ртутный, тип не утвержден.

Стеклянная палочка - достаточно длинная, чтобы обеспечить перемешивание в стеклянном стакане.

Процедура.

Предварительная подготовка заготовок.

В надетых перчатках специального типа, хорошо вымытых обычным мылом, моют все испытуемые заготовки по меньшей мере за 10 мин до начала последовательности испытания. Это лучше всего осуществлять, поворачивая их примерно 20 раз на 180° под проточной водой.

Помещают примерно 5 л воды при 30°C известной жесткости (жесткость должна быть постоянной для серии испытаний) в емкость. Жесткость может быть измерена, например, в единицах французских градусов жесткости (°fH или °f), которые также можно определить как 10 мг/л CaCO₃, что эквивалентно 10 частям на миллион (ppm). Жесткость обычно может варьироваться от 5 до 60°fH. Испытания по настоящему изобретению проводят при 18°fH. После испытания каждого кускового моющего средства воду меняют.

Берут заготовку, опускают ее в воду и вынимают ее. Поворачивают заготовку 15 раз в руках на 180°. Помещают заготовку на мылъницу (см. примечание).

Пена образуется от мыла, оставшегося на перчатках.

Стадия 1: проводят одной рукой по другой руке (две руки в одном направлении) 10 раз одинаковым образом (см. примечание).

Стадия 2: обхватывают правую руку левой или наоборот и с усилием сдвигают пену к кончикам пальцев.

Эту операцию повторяют пять раз.

Повторяют стадии 1 и 2.

Помещают пену в стакан.

Повторяют всю процедуру создания пены из параграфа iii еще два раза, объединяя всю пену в стакане.

Осторожно смешивают объединенную пену, чтобы выпустить большие пузыри воздуха. Регистрируют и записывают объем.

Расчет и представление результатов.

Полученные данные составляют шесть результатов для каждого тестируемого кускового моющего средства.

Анализ данных проводят путем двухфакторного дисперсионного анализа, после чего определяют критерий Turkey (Turkey's Test).

Операторы.

Опытные специалисты должны быть способны повторять объемы пенообразования лучше чем с разницей ±10%. Рекомендуется обучать специалистов до тех пор, пока они не смогут получить воспроизводимые результаты из разных типов составов.

Примечания.

Жесткость воды, как отмечено выше, должна быть постоянной для серии испытаний и должна быть зарегистрирована. По возможности предпочтительно придерживаться подходящей жесткости воды. Например, кусковые моющие средства, которые будут применять на рынках с мягкой водой, в идеале должны быть протестированы с применением мягкой воды (например, на нижней границе шкалы французских градусов жесткости).

Важно поддерживать количество растираний/поворотов постоянным.

3) Склонность к износу (фиг. 2) и растрескивание (фиг. 4).

Определения.

Склонность к износу (RoW) относится к количеству материала, которое утрачивает изделие кускового моющего средства в контролируемых условиях. Эти условия для применения имитируют приблизительный способ применения продукта.

Растрескивание может быть определено как физическое повреждение, которое может (или не может) возникнуть после последовательной промывки и высушивания кускового моющего средства в соответствии с приведенным ниже протоколом.

Принцип.

Заготовки мыла промывали контролируемым образом 6 раз в день в течение 4 дней. Заготовки хранили в контролируемых условиях после каждой промывки, а потерю массы определяли после высыхания в течение следующих 2 или 3 дней.

Визуальные оценки растрескивания проводили через 3 дня сушки в условиях окружающей среды.

Прибор и оборудование.

Подносы для мыла со стоками	- предпочтительно из жесткого пластика - 1 образец для одних условий
Подносы для мыла без стоков	- предпочтительно из жесткого пластика - площадь приблизительно 15 x 10 см - плоское дно - 1 образец на партию
Емкость для промывки	- вместимость 10 литров (приблиз.)
Перчатки	- водостойкие одноразовые перчатки (пластиковые или резиновые)

Процедура.

Испытание начинают утром в первые сутки (например, в понедельник). 4 заготовки из каждой партии, подлежащей испытанию, взвешивают и помещают их на подносы для мыла, которые представляют собой следующие:

Наличие стоков?	Температура промывки (°C)
Да	25
Да	40
Нет	25
Нет	40

Отмеряют 10 мл воды (комнатной температуры и соответствующей жесткости) и наливают в поднос без стоков (25 и 40°C).

Промывку каждой заготовки мыла проводят следующим образом:

(а) промывочную емкость наполняют примерно 5 л воды с соответствующей жесткостью и необходимой температурой (25 или 40°C);

(b) маркируют заготовку для идентификации верхней поверхности (например, делают небольшое отверстие иглой);

(с) в надетых водонепроницаемых перчатках погружают заготовку в воду и поворачивают 15 раз (180° каждый раз) в руках над водой;

(d) повторяют (с);

(е) погружают заготовку в воду снова, чтобы смыть пену;

(f) помещают заготовку обратно в поднос для мыла, убедившись, что сторона, противоположная лицевой, находится сверху (т.е. немаркированная сторона).

Осуществляют полную процедуру промывки 6 раз в день в течение 4 последовательных дней, с равными интервалами в течение каждого дня (например, по времени в день: 8.00, 09:30, 11.00, 12.30, 14.00 и 15.30). Поверхность, помещаемую вниз после каждой промывки, чередуют.

Между промывками подносы с мылом следует оставлять на открытой полке или доске для сушки в помещениях с контролируемыми условиями. (См. примечание 14.1.iii). После каждого цикла промывки положение каждого мыла/заготовки на полке меняют, чтобы свести к минимуму изменения условий сушки.

В конце каждого дня промывают и сушат каждый поднос для мыла со стоком, сливают и наполняют поднос для мыла без стока (25 и 40°C) водой в количестве 10 мл (температура окружающей среды). Учитывают соответствующую жесткость воды.

После последней промывки (днем на четвертые сутки, например, в четверг) все подносы для мыла промывают и сушат и помещают каждую заготовку в её поднос для мыла.

На 5-е сутки днем переворачивают образцы, чтобы высушить обе стороны.

На восьмые сутки (например, следующий понедельник) каждую заготовку взвешивают.

Растрескивание.

Визуальную оценку степени растрескивания осуществляют с применением тех же образцов, которые применяют в испытании по определению склонности к износу. Некоторое растрескивание может произойти в течение первых 5 дней испытания, но максимальный уровень можно наблюдать только после окончательной продолжительности испытания (т.е. на 8-й или 9-й день).

Расчет и представление результатов.

Степень износа.

Степень износа определяют в виде потери массы в граммах или процентах. Следует иметь в виду, что результаты соотносятся с условиями испытаний.

$$\text{Износ (\%)} = \frac{(\text{начальная масса} - \text{конечная масса}) * 100}{\text{Начальная масса}}$$

$$\text{Износ (г)} = (\text{начальная масса} - \text{конечная масса})$$

Группа специалистов-экспертов должна быть способна достичь менее 10% различий между повторностями.

Растрескивание.

Обученный специалист анализирует заготовки и отдельно регистрирует степень растрескивания в каждой из следующих областей:

- обе поверхности - все типы заготовок,
- оба конца - заготовки в форме полосок,
- обе стороны - заготовки в форме полосок,
- периферия - прессованные заготовки.

Степень растрескивания оценивают по следующей шкале от 0 до 5:

0 - отсутствие растрескивания,

1 - небольшое и мелкое растрескивание:

1,1 - минимальная степень,

1,2 - максимальная степень,

2 - растрескивание небольшой и средней глубины:

2,1 - минимальная степень,

2,2 - максимальная степень,

3 - среднее и глубокое растрескивание:

3,1 - минимальная степень,

3,2 - максимальная степень,

4 - большое и глубокое растрескивание:

4,1 - минимальная степень,

4,2 - максимальная степень,

5 - очень большое и очень глубокое растрескивание:

5,1 - минимальная степень,

5,2 - максимальная степень.

4) Объективное испытание на определение склонности к образованию кашицы (фиг. 3).

Определения.

Кашица представляет собой желеобразный, кремообразный материал, который образуется, когда туалетные кусковые моющие средства поглощают воду.

Погружное испытание на определение склонности к образованию кашицы, описанное в настоящем документе, обеспечивает получение численной величины, характеризующей количество кашицы, образующейся на кусковом моющем средстве. Параметр, характеризующий образование кашицы при погружении, не обеспечивает определение различных типов кашицы; эти аспекты следует оценивать с применением "субъективного испытания на определение склонности к образованию кашицы".

Принцип.

Кусок моющего средства обрезают с получением прямоугольного блока, который погружают в деминерализованную воду при 20°C в течение 2 ч. Образовавшуюся кашицу счищают и определяют ее массу.

Прибор и оборудование.

250-мл стакан - 1 на образец

Держатели образцов - 1 на образец

Водяная баня - С контролем температуры при 20° С ±0,5° С
- Достаточно большая, чтобы вместить все стаканы

Режущий инструмент - плоскость, нож или режущее приспособление, предназначенное для вырезания образцов заданного размера

Скребок - предпочтительно пластиковый (например, лабораторный шпатель)

- должен иметь прямой угол

Процедура.

Вырезают прямоугольную заготовку требуемых размеров из куска моющего средства с помощью плоскости, ножа или режущего приспособления.

Точно измеряют ширину и высоту вырезанной заготовки (±0,1 см).

Отмеряют 5 см от нижней части заготовки и чертят линию поперек заготовки в этой точке. Она представляет собой глубину погружения.

Заготовку прикрепляют к держателю образца и подвешивают заготовку в пустом стакане.

В стакан добавляют деминерализованную (или дистиллированную) воду при 20°C до достижения уровня отметки 5 см на заготовке.

Помещают стакан в водяную баню при 20°C (+0,5°C) и оставляют ровно на 2 ч.

Держатель для мыла и заготовку вынимают, выливают воду из стакана и перемещают держатель для мыла и заготовку в стакан в течение 1 мин, чтобы лишняя вода могла стечь.

Лишнюю воду стряхивают, удаляют заготовку из держателя мыла и взвешивают заготовку (W_M), положив ее на сухой конец.

Осторожно счищают всю кашицу со всех 5 поверхностей заготовки и удаляют оставшиеся следы кашицы, осторожно протирая тканью.

Взвешивают заготовку в течение 5 мин после соскабливания (W_R).

Расчет и представление результатов.

Масса кашицы (г).

Площадь поверхности (см^2) = $A = 10$ (ширина + толщина) + (ширина × толщина).

NB - данное это уравнение предполагает погружение на 5 см

$$\text{Кашица (г/50 см}^2\text{)} = \frac{(W_M - W_R) \cdot 50}{A}$$

$$\text{Потеря массы (г/50 см}^2\text{)} = \frac{(W_O - W_R) \cdot 50}{A}$$

$$\text{Абсорбированная вода (г/50 см}^2\text{)} = \frac{(W_M - W_O) \cdot 50}{A}$$

Начальная масса (W_O).

Масса после образования кашицы (W_M).

Масса непосредственно после удаления кашицы (W_R).

5) Паровая фаза.

Эффективность ароматизатора определяли посредством оценки трех основных свойств ароматизатора.

Первое свойство представляет собой концентрацию ароматизатора в статической паровой фазе над неразбавленным образцом - твердым мылом. В данном измерении оценивают количество ароматизатора, которое потребитель ощущает, когда он нюхает кусковое моющее средство. Это относится к оценке первоначального воздействия. Кусковое моющее средство обрезают бритвой до половины общего объема кускового моющего средства с одной стороны, а срезанные хлопья кускового моющего средства хорошо перемешивают перед взвешиванием 2 г в 20 мл флакон для ГХ (газовой хроматографии) для обеспечения равномерного отбора проб из внешней и внутренней частей кускового моющего средства. Воздух над мылом достигает равновесия с образцом мыла при оставлении герметичного флакона для ГХ при комнатной температуре в течение не менее 24 ч. После достижения равновесия относительную концентрацию ароматизатора в воздухе флакона для ГХ измеряют с помощью ГХ/МС (газовая хроматография/масс-спектрометрия). Образцы изготавливают в трех экземплярах.

Второе свойство, подлежащее определению, представляет собой количество ароматизатора в статической паровой фазе над разбавленной суспензией мыла. Концентрация ароматизатора над мылом, разбавленным в 30 раз, хорошо коррелирует с интенсивностью ароматизатора, которую ощущает потребитель во время принятия душа (насыщенность аромата) при применении кускового моющего средства. Для проведения этого измерения мыло разбавляют водой в 30 раз. Как и ранее, 2 г разбавленного мыла помещают в 20 мл флакон для ГХ и герметично закрывают. Воздух над разбавленным моющим средством для тела достигает равновесия с разбавленным мылом при оставлении герметичного флакона для ГХ при комнатной температуре в течение не менее 24 ч. После достижения равновесия относительную концентрацию ароматизатора в воздухе флакона для ГХ определяют с помощью ГХ/МС (газовая хроматография/масс-спектрометрия). Образцы для ГХ изготавливают в трех экземплярах и проводят измерения для каждого разбавленного образца.

Для измерения обоих свойств условия ГХ (например, используемая колонка представляла собой модель с номером HP-5MS: Agilent 19091S-433) представляли собой следующие: инжекторы находились в режиме без деления с применением гелия в качестве газа-носителя. Устройство для ввода пробы нагревали до примерно 250°C, давление 12,01 psi, продувочный поток 8,1 мл/мин при 1,0 мин, общий поток 17,1 мл/мин. Колонка находилась в режиме постоянного потока со скоростью потока 1,3 мл/мин. Температурный режим термостата: 70°C поддерживали в течение 2 мин, затем температуру в термостате увеличивали со скоростью 3°C/мин до 125°C, 15°C/мин до 280°C и поддерживали в течение 2 мин. Образцы ароматизаторов исследовали в режиме сканирования с интервалом масс, установленным на 35-300 а.е.м. Гигиенические активные вещества исследовали в режиме выборочного мониторинга заданных ионов (SIM), ориентированного на ионы, имеющие m/z 59, 135 и 136. Условия автосамплера представляли собой отсутствие инкубации (все эксперименты проводили при комнатной температуре). Волокно SPME (для твердофазной микроэкстракции) вводили в паровую фазу образца для экстракции в течение 5 мин, и

затем вводили в инжектор для десорбции в течение 15 мин.

Третье свойство представляет собой количество ароматизатора, осажденного на Vitroskin, промытый мылом. Кусок Vitroskin размером 3 см × 6 см (N19 IMS inc.) промывают с применением 0,5 г образца. Температуру воды устанавливают при 35°C (95F), а скорость потока устанавливают при 3-4 л/мин. В качестве подложки для промывания Vitroskin применяют часовое стекло (или другую жесткую неабсорбирующую непористую подложку). Vitroskin удерживают на часовом стекле, прижимая сверху большим пальцем. Vitroskin промывают в течение 30 с до обработки, а избыток воды сливают с Vitroskin. 0,5 г образца наносят на влажную кожу, вспенивают указательным пальцем в течение 30 с (вне потока воды) и промывают в течение 15 с (следа за тем, чтобы промыть обе стороны Vitroskin в случае, если какое-либо количество образца попало под Vitroskin). Обработанный Vitroskin затем насухо вытирают между слоями сложенного бумажного полотенца, прижимая 10 раз (держа руки ладонями друг к другу, чтобы высушить обе поверхности Vitroskin). Образцы немедленно помещают во флакон для ГХ и оставляют для уравнивания в течение 24 ч при комнатной температуре. Vitroskin можно осторожно свернуть с помощью пинцета, используя указательный палец для удерживания Vitroskin от разворачивания. Чем плотнее свернут Vitroskin, тем легче помещать его во флакон. Флакон можно уравнивать в течение 24-48 ч. Кроме того, для увеличения содержания летучих веществ в паровой фазе перед проведением твердофазной микроэкстракции (SPME) включают стадию инкубации. Образцы инкубируют в течение 25 мин при 45°C, затем отбирают пробы, как описано в предыдущем способе, в зависимости от доставленных активных веществ.

Примеры 1-30.

Чтобы продемонстрировать влияние калиевого мыла на производительность при получении, авторы изобретения сначала представляют табл. 1 ниже.

Таблица 1

Содержание жира		Пример 1 (80/20)			Пример 2 (85/15)			Пример 3 (90/10)		
Образец		0% К мыла	7% К мыла	10% К мыла	0% К мыла	7% К мыла	10% К мыла	0% К мыла	7% К мыла	10% К мыла
Общее содержание жира, %		69,25	69,01	68,91	69,39	69,16	69,06	69,58	69,35	69,25
Омыление	NaOH, %	100,00	93,00	90,00	100,00	93,00	90,00	100,00	93,00	90,00
	KOH, %	--	7,00	10,00	--	7,00	10,00	--	7,00	10,00
Na мыло		75,13	69,64	67,29	75,29	69,79	67,44	75,49	69,79	67,44
K мыло		--	5,52	7,68	--	5,53	7,89	--	5,75	8,11
Глицерин		8,19	8,16	8,15	7,83	7,65	7,79	7,55	7,36	7,55
Другие ингредиенты		Не более 20%	Не более 20%	Не более 20%	Не более 20%	Не более 20%	Не более 20%	Не более 20%	Не более 20%	Не более 20%
Йодное число		32,00	32,00	32,00	32,00	32,00	32,00	32,00	32,00	32,00
Смесь масел	PO	--	--	--	--	--	--	--	--	--
	PSO	80	80	80	85	85	85	90	90	90
	PKO	20	20	20	15	15	15	10	10	10

PO = пальмовое масло (смесь триглицеридов с йодным числом 55),

PSO = пальмовое стеариновое масло (смесь триглицеридов с йодным числом от 33 до 35),

PKO = пальмоядровое масло (смесь триглицеридов с йодным числом 18).

Для целей настоящего изобретения можно применять животный жир вместо PO и/или PSO и вместо PKO можно применять кокосовое масло.

В каждом из примеров 1-3 в качестве исходного значения применяли 0% калиевого мыла. Также были исследованы кусковые моющие средства с некоторым количеством калиевого мыла (7 и 10%), при этом для получения калиевого мыла в пределах интервалов согласно настоящему изобретению применяли гидроксид калия. Значение йодного числа оставалось неизменным в каждом примере.

Влияние введения калиевого мыла на твердость кускового моющего средства (и на возможность получить необходимый интервал твердости) показано в табл. 2 ниже.

Таблица 2

	80/20			85/15			90/10		
Йодное число (сг I ₂ /г)	32			32			32		
KOH (%)	0%	7%	10%	0%	7%	10%	0%	7%	10%
NaOH (%)	100%	93%	90%	100%	93%	90%	100%	93%	90%
Твердость (кг при 40°C)	5,21	4,48	3,72	5,83	4,81	2,86	6,39	5,23	3,85

Показатели 80/20, 80/15 и 90/10 относятся к композиции масел, как указано ниже в табл. 1. Данный показатель 80/20 относится к смеси масел, полученной из 80% PSO (йодное число от 33 до 35) и 20% PKO (йодное число 18). То есть массовое соотношение составляет 80% PSO к 20% PKO.

Как видно из табл. 2, когда к различным смесям масел добавляют 7 или 10% гидроксида калия,

можно регулировать твердость (измеренную для конечных экструдированных кусковых моющих средств) с получением необходимого значения (например, от 3 до 5 кг, измеренного при 40°C). Если количества калия являются слишком высокими, можно увидеть, что кусковые моющие средства становятся слишком мягкими (например, ниже 3 кг). Поскольку некоторые смеси являются более твердыми, чем другие (например, смесь 90/10 является более твердой, чем 80/20), точный интервал или количество (в пределах интервала от 5 до 15% калиевого мыла в конечном кусковом моющем средстве) изменяются, но могут быть легко определены специалистом в данной области техники, как показано в табл. 2 (путем изменения количества гидроксида калия, используемого для получения мыла). В частности, значение твердости измеряют и применяют, чтобы рассчитать, необходимо ли немного увеличить или уменьшить количество гидроксида калия (и конечное количество мыла).

Например, при равном йодном числе, составляющем 32, необходимы немного разные количества гидроксида калия в зависимости от композиции масел (например, 80/20 относительно 90/10). Таким образом, масла 90/10, как правило, содержат масла с более длинной цепью, чем 80/20, и в результате обеспечивают немного более твердое кусковое моющее средство. Таким образом, для придания кусковому моющему средству с соотношением 90/10 твердости согласно предпочтительному интервалу необходимо больше калиевого мыла (в процентах от конечного кускового моющего средства).

В предпочтительных вариантах реализации мыло жирной кислоты (от 50 до 90% от кускового моющего средства) содержит от 5 до 15% калиевого мыла относительно массы кускового моющего средства; и мыла получают из масла или смеси масел, которые имеют среднее йодное число от 0 до 37, причем указанные масло или смесь масел выбраны из группы, состоящей из пальмового масла (ПО), пальмового стеаринового масла (от PSO до PKO) и пальмоядрового масла (PKO). В одном предпочтительном варианте реализации соотношение PSO к PKO составляет примерно от 78/22 до 82/18.

В одном предпочтительном кусковом моющем средстве калиевое мыло присутствует в количестве от 5 до 12 мас.%, и соотношение используемых масел (например, PSO к PKO) для получения мыла составляет от 78/22 до 82/18. В другом предпочтительном кусковом моющем средстве количество калиевого мыла составляет от 5 до 9%, и соотношение животного жира к кокосовому маслу, используемое для получения кускового моющего средства, составляет от 82/18 до 88/12. В другом предпочтительном кусковом моющем средстве количество калиевого мыла составляет от 8 до 12 мас.%, и соотношение животного жира к кокосовому маслу (или PSO к PKO) составляет от 87/13 до 93/7.

Как видно на фиг. 1, 2 и 3, применение калиевого мыла обеспечивает улучшение пенообразования и не влияет на величину склонности к износу или объективные значения, характеризующие образование кашицы. При улучшении пенообразования можно применять масла с более низким йодным числом. Таким образом, получают кусковые моющие средства, которые характеризуются более длительной износостойкостью и образованием меньшего количества кашицы, что связано с низким йодным числом исходного масла, и хорошее пенообразование, коррелирующее с высоким йодным числом кускового моющего средства. Как указывалось ранее, такие кусковые моющие средства хорошо экструдированы (определяется твердостью), но не имеют чрезмерного растрескивания.

На фиг. 1, например, в качестве контрольных примеров А, В и С применяли мыла, полученные из масел с различным распределением длины цепи (80/20, 85/15, 90/10), все из которых имеют йодное число 39. Как правило, в сравнении с кусковыми моющими средствами, полученными из масел с более низким йодным числом, но при отсутствии калиевого омыления (примеры 4, 7, 10), пенообразование было немного ниже. Однако при омылении с содержанием ионов калия 7 или 10% полученные кусковые моющие средства (5-6 относительно А, 8-9 относительно В, 11-12 относительно С) все неожиданно продемонстрировали намного большее пенообразование по сравнению с контрольными кусковыми моющими средствами, полученными из масел с более высоким йодным числом, которые, как ожидается, должны были бы иметь гораздо лучшее пенообразование.

Обобщенные данные для примеров, показанных на фиг. 1, представлены в табл. 3 ниже.

Таблица 3

Примеры	Жировая смесь	Йодное число	КОН
Пример А	80/20	39	0%
Пример 4		32	0%
Пример 5		32	7%
Пример 6		32	10%
Пример В	85/15	39	0%
Пример 7		32	0%
Пример 8		32	7%
Пример 9		32	10%
Пример С	90/10	39	0%
Пример 10		32	0%
Пример 11		32	7%
Пример 12		32	10%

По аналогии с фиг. 1, на фиг. 2 показано, что при омылении кусковых моющих средств, аналогичных показанным в табл. 3, с образованием 7 или 10% калиевой соли, полученные кусковые моющие средства (14-15 относительно D; 17-18 относительно E; 20-21 относительно F) продемонстрировали более низкие/улучшенные результаты в исследовании на склонность к износу по сравнению с контрольными кусковыми моющими средствами, полученными из масел с более высоким йодным числом.

А также по аналогии с фиг. 1, на фиг. 3 показано, что при омылении кусковых моющих средств, как показано в табл. 3, с образованием 7 или 10% калиевой соли, полученные кусковые моющие средства (23-24 относительно G; 26-27 относительно H; 29-30 относительно I) продемонстрировали более низкие/улучшенные результаты по сравнению с контрольными кусковыми моющими средствами, полученными из масел с более высоким йодным числом, в частности более низкие объективные значения, характеризующие склонность к образованию кашицы.

Примеры 31-38.

Чтобы оценить интенсивность аромата кусковых моющих средств согласно настоящему изобретению, заявители подготовили следующие кусковые моющие средства, как указано в табл. 4 ниже.

Таблица 4

	J	31	32	K	33	34	L	35	36
Мыльная основа	80/20	80/20	80/20	85/15	85/15	85/15	90/10	90/10	90/10
Йодное число	39	30	20	39	30	20	39	30	20
КОН, %	0	5,5	6,5	0	6,2	7,3	0	6,5	7,5
Ароматизатор (Chiffon Petal), %	1,3	1,3	1,3	1,3	1,3	1,3	1,3	1,3	1,3
Паровая фаза над куском	12,1 ± 0,9	13,4 ± 1,0	17,2 ± 1,1	12,3 ± 1,1	15,1 ± 1,0	17,2 ± 1,2	14,5 ± 0,9	17,5 ± 0,8	18,5 ± 1,1
Паровая фаза над раствором, разбавленным в 30 раз	3,5 ± 0,25	4,0 ± 0,30	5,7 ± 0,55	3,2 ± 0,25	4,3 ± 0,35	6,5 ± 0,45	3,1 ± 0,40	4,0 ± 0,35	6,6 ± 0,65
Паровая фаза над Vitroskin	н/о	н/о	н/о	н/о	н/о	н/о	1,35 ± 0,08	1,60 ± 0,11	2,4 ± 0,11

Кусковые моющие средства 31, 32, 33, 34, 35, 36 были получены согласно настоящему изобретению, при этом значения йодного числа составляли 30 и 20, а омыление (или нейтрализацию) проводили смесью гидроксида натрия и гидроксида калия. Кусковые моющие средства J, K и L представляют собой сравнительные кусковые моющие средства со значением йодного числа 39 и не содержащие калиевого мыла. Как видно из приведенных выше данных, кусковые моющие средства согласно настоящему изобретению демонстрируют более высокое содержание ароматизатора в паровой фазе над кусковым моющим средством и над кусковым моющим средством, разбавленным в 30 раз, что подразумевает большую насыщенность аромата при применении. Заявитель также проводил измерения в паровой фазе над Vitroskin, промытым кусковыми моющими средствами L, 35 и 36. Можно увидеть, что кусковые моющие средства 35 и 36 согласно настоящему изобретению, обеспечивают доставку большего количества ароматизатора к Vitroskin по сравнению со сравнительным (традиционным) кусковым моющим средством L.

Чтобы сравнить эффективность эфирных масел, в частности, используемых для антибактериальных кусковых моющих средств, заявители изготовили кусковые моющие средства с тимолом и терпинеолом. Кусковые моющие средства 37 и 38 изготовлены согласно настоящему изобретению, а кусковое моющее средство M представляет собой сравнительное кусковое моющее средство. Можно увидеть, что для кусковых моющих средств с более низким значением йодного числа согласно настоящему изобретению содержание ароматизатора в паровой фазе над кусковыми моющими средствами, разбавленными в 30 раз, значительно выше.

Таблица 5

		M	37	38
Мыльная основа		90/10	90/10	85/15
Йодное число		39	32	32
КОН		0	7,0	7,0
Терпинеол, %		0,25	0,25	0,25
Тимол, %		0,10	0,10	0,10
Паровая фаза над разбавленным в 30 раз (30 x) раствором, г.ц.	Терпинеол	1,12±0,08	1,56±0,06	1,40±0,07
	Тимол	0,23±0,03	0,43±0,03	0,34±0,03

Пример 39.

Авторы изобретения проводили омыление кусковых моющих средств с различным йодным числом для определения количества гидроксида калия, необходимого для достижения предпочтительного интервала твердости. Для всех кусковых моющих средств применяемые смеси масел представляли собой 85/15 PSO/PKO. Результаты представлены в табл. 6 ниже.

Таблица 6

Йодное число	5	10	15	20	25	30
КОН%	13,00	10,70	10,20	9,50	9,00	8,10
Твердость	4,70	4,38	3,80	4,74	4,53	4,06

Как видно, при применении кусковых моющих средств из исходных масел с соотношением 85/15 с измеренным йодным числом от 5 до 30, предпочтительные значения твердости достигались при количестве КОН в интервале от 8,10 до 13,00.

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Способ получения кускового моющего средства, содержащего от 50 до 90 мас.% мыла жирной кислоты, включающий следующие стадии:

- выбор исходного масла, имеющего йодное число от 0 до 37;
- омыление исходного масла гидроксидом калия с получением от 5 до 15 мас.% калиевого мыла относительно общей массы кускового моющего средства; и
- экструдирование мыла, полученного на стадии (b), с получением твердого кускового моющего средства,

при этом указанное кусковое моющее средство экструдировать со скоростью 200 или более кусков в минуту,

при этом исходное масло представляет собой смесь масла с длинной цепью, выбранного из группы, состоящей из пальмового стеаринового масла (PSO), пальмового масла и их смесей, и масла с короткой цепью, выбранного из группы, состоящей из кокосового масла, пальмоядрового масла (PKO) и их смесей, и

мыло жирной кислоты содержит от 5 до 12 мас.% калиевого мыла относительно массы конечной композиции, и соотношение масла с длинной цепью к маслу с короткой цепью составляет от 78/22 до

82/18, или

мыло жирной кислоты содержит от 5 до 9 мас.% калиевого мыла относительно массы конечной композиции, и соотношение масла с длинной цепью к маслу с короткой цепью составляет от 82/18 до 88/12, или

мыло жирной кислоты содержит от 8 до 12 мас.% калиевого мыла относительно массы конечной композиции, и соотношение масла с длинной цепью к маслу с короткой цепью составляет от 87/13 до 93/7.

2. Способ по п.1, отличающийся тем, что твердость указанного кускового моющего средства находится в интервале от 3,0 до 5,0 кг при измерении при 40°C с применением проникновения 15 мм.

3. Способ по п.1 или 2, отличающийся тем, что указанное кусковое моющее средство имеет величину растрескивания от 0 до 3.

4. Применение исходного масла, имеющего йодное число от 0 до 37, для получения кускового моющего средства, содержащего от 5 до 15 мас.% калиевого мыла (относительно массы конечной композиции) и характеризующегося твердостью от 3,0 до 5,0 кг при измерении при 40°C с применением величины проникновения 15 мм, при этом указанное кусковое моющее средство содержит

от 50 до 90 мас.% мыла жирной кислоты и

от 13 до 25 мас.% воды,

при этом исходное масло представляет собой смесь масла с длинной цепью, выбранного из группы, состоящей из пальмового стеаринового масла (PSO), пальмового масла и их смесей, и масла с короткой цепью, выбранного из группы, состоящей из кокосового масла, пальмоядрового масла (PKO) и их смесей, и

мыло жирной кислоты содержит от 5 до 12 мас.% калиевого мыла относительно массы конечной композиции, и соотношение масла с длинной цепью к маслу с короткой цепью составляет от 78/22 до 82/18, или

мыло жирной кислоты содержит от 5 до 9 мас.% калиевого мыла относительно массы конечной композиции, и соотношение масла с длинной цепью к маслу с короткой цепью составляет от 82/18 до 88/12, или

мыло жирной кислоты содержит от 8 до 12 мас.% калиевого мыла относительно массы конечной композиции, и соотношение масла с длинной цепью к маслу с короткой цепью составляет от 87/13 до 93/7.

5. Применение исходного масла, имеющего йодное число от 0 до 37, для получения кускового моющего средства, содержащего от 5 до 15 мас.% калиевого мыла (относительно массы конечной композиции) и характеризующегося величиной растрескивания от 0 до 3, которая определена с помощью испытания на растрескивание, при этом указанное кусковое моющее средство содержит

от 50 до 90 мас.% мыла жирной кислоты и

от 13 до 25 мас.% воды,

при этом исходное масло представляет собой смесь масла с длинной цепью, выбранного из группы, состоящей из пальмового стеаринового масла (PSO), пальмового масла и их смесей, и масла с короткой цепью, выбранного из группы, состоящей из кокосового масла, пальмоядрового масла (PKO) и их смесей, и

мыло жирной кислоты содержит от 5 до 12 мас.% калиевого мыла относительно массы конечной композиции, и соотношение масла с длинной цепью к маслу с короткой цепью составляет от 78/22 до 82/18, или

мыло жирной кислоты содержит от 5 до 9 мас.% калиевого мыла относительно массы конечной композиции, и соотношение масла с длинной цепью к маслу с короткой цепью составляет от 82/18 до 88/12, или

мыло жирной кислоты содержит от 8 до 12 мас.% калиевого мыла относительно массы конечной композиции, и соотношение масла с длинной цепью к маслу с короткой цепью составляет от 87/13 до 93/7.

6. Применение исходного масла, имеющего йодное число от 0 до 37, для получения кускового моющего средства, содержащего от 5 до 15 мас.% калиевого мыла (относительно массы конечной композиции) и характеризующегося усиленным ароматом компонента отдушки в паровой фазе кускового моющего средства относительно кускового моющего средства сравнения, содержащего такой же тип компонента отдушки в таком же количестве и полученного из масла, имеющего йодное число более 37,

при этом указанное кусковое моющее средство содержит

от 50 до 90 мас.% мыла жирной кислоты,

от 13 до 25 мас.% воды и

отдушку,

при этом исходное масло представляет собой смесь масла с длинной цепью, выбранного из группы, состоящей из пальмового стеаринового масла (PSO), пальмового масла и их смесей, и масла с короткой цепью, выбранного из группы, состоящей из кокосового масла, пальмоядрового масла (PKO) и их смесей, и

мыло жирной кислоты содержит от 5 до 12 мас.% калиевого мыла относительно массы конечной композиции, и соотношение масла с длинной цепью к маслу с короткой цепью составляет от 78/22 до 82/18, или

мыло жирной кислоты содержит от 5 до 9 мас.% калиевого мыла относительно массы конечной композиции, и соотношение масла с длинной цепью к маслу с короткой цепью составляет от 82/18 до 88/12, или

мыло жирной кислоты содержит от 8 до 12 мас.% калиевого мыла относительно массы конечной композиции, и соотношение масла с длинной цепью к маслу с короткой цепью составляет от 87/13 до 93/7.

7. Применение исходного масла, имеющего йодное число от 0 до 37, для получения кускового моющего средства, содержащего от 5 до 15 мас.% калиевого мыла (относительно массы конечной композиции) и характеризующегося усиленной насыщенностью аромата компонента отдушки в кусковом моющем средстве при разбавлении указанного кускового моющего средства в воде относительно кускового моющего средства сравнения, содержащего такой же тип компонента отдушки в таком же количестве и полученного из масла, имеющего йодное число более 37, при этом указанное кусковое моющее средство содержит

от 50 до 90 мас.% мыла жирной кислоты,

от 13 до 25 мас.% воды и

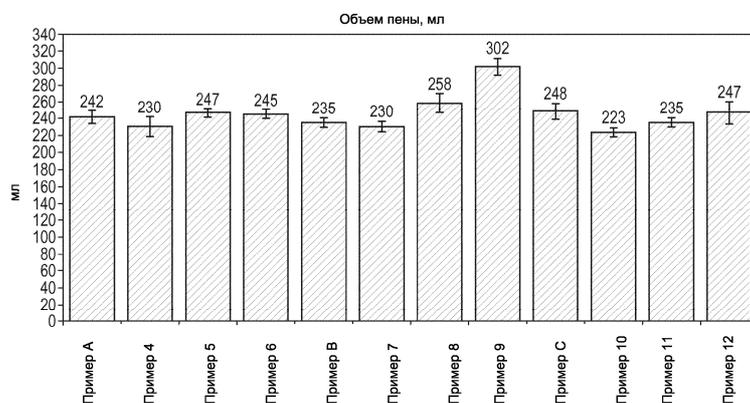
отдушку,

при этом исходное масло представляет собой смесь масла с длинной цепью, выбранного из группы, состоящей из пальмового стеаринового масла (PSO), пальмового масла и их смесей, и масла с короткой цепью, выбранного из группы, состоящей из кокосового масла, пальмоядрового масла (PKO) и их смесей, и

мыло жирной кислоты содержит от 5 до 12 мас.% калиевого мыла относительно массы конечной композиции, и соотношение масла с длинной цепью к маслу с короткой цепью составляет от 78/22 до 82/18, или

мыло жирной кислоты содержит от 5 до 9 мас.% калиевого мыла относительно массы конечной композиции, и соотношение масла с длинной цепью к маслу с короткой цепью составляет от 82/18 до 88/12, или

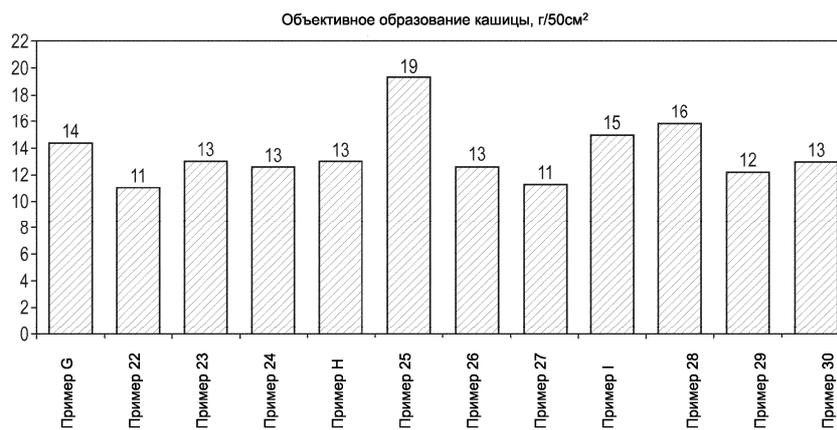
мыло жирной кислоты содержит от 8 до 12 мас.% калиевого мыла относительно массы конечной композиции, и соотношение масла с длинной цепью к маслу с короткой цепью составляет от 87/13 до 93/7.



Фиг. 1



Фиг. 2



Фиг. 3

ИНДЕКС РАСТРЕСКИВАНИЯ



Фиг. 4

