

226987

PATENTE DE INVENCION



MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

"Procedimiento perfeccionado para la fabricación
"de detergentes".

=====

SOLICITANTES: THE PROCTER & GAMBLE COMPANY, entidad norteamericana,
domiciliada en: Gwynne Building, Sixth & Main Streets,
Cincinnati, Ohio, Estados Unidos de America.

=====

Este invento se refiere a la fabricación de
detergentes suaves para la epidermis del usuario.

- Para lograr el máximo resultado, en cuanto a
solubilidad, jabonadura y detergencia con los detergentes
de sulfato alcohílico, es conveniente emplear tan solo la
5. "porción media" del alcohol graso producido por reducción
del aceite de coco o de los ácidos grasos de coco. Esta
porción media de alcohol de coco, normalmente contiene alre-
dedor de 2/3 de alcohol C₁₂; la mayor parte del resto está
constituido por alcoholes grasos C₁₄ y C₁₅, con un tanto por
- 10.



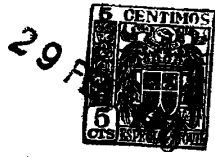
ciento reducido de alcohol graso C_{10} . Para el mejor resultado, es conveniente un mínimo de 50% de alcohol C_{12} en la proporción media.

15. El detergente sintético dotado de la mejor eficacia por unidad de coste, es el sulfonato de alcohol-benceno. El grupo alcohol en la mayor parte del sulfonato de alcohol-benceno actual es principalmente el derivado C_{12} del tetrapropileno, aunque se presenta algo de C_9 y de C_{15} . Los sulfonatos de alcohol-benceno primitivos, eran keril-benceno, derivados de fracciones de keroseno, de cadena lineal, con una media de doce átomos de carbono en la longitud de la cadena, y todavía se preparan algunos de ellos.

20. Para preparar las sales de sulfatos alcohólicos y de sulfatos de alcohol-benceno, pueden usarse un gran número de materiales alcalinos, por ejemplo: sodio, potasio, amonio, amoniaco, etanol y propanol sustituidos y calcio y magnesio; todos ellos forman sales detergentes solubles de estos compuestos orgánicos de reacción sulfúrica.

25. Parece existir una diferencia fundamental entre el modo en que las sales de sulfato alcohólico afectan la epidermis y el modo en que la afectan las sales de sulfonato de alcohol-benceno. Puede demostrarse esta diferencia por la exposición exagerada con animales de ensayo. Cuando con los cobayas se realizan ensayos de severidad extremada, el sulfato alcohólico produce el agrietamiento de la epidermis del animal de ensayo, mientras que el sulfonato de alcohol-benceno empleado del mismo modo dá lugar a un engrosamiento (hiperqueratinización) de la epidermis del animal de ensayo.

30. A pesar de las diferencias en los resultados de ensayos acelerados sobre la epidermis, de las sales de sulfato alcohólico, y de las sales de sulfonato de
35. ensayos acelerados sobre la epidermis, de las sales de sulfato alcohólico, y de las sales de sulfonato de
40. ensayos acelerados sobre la epidermis, de las sales de sulfato alcohólico, y de las sales de sulfonato de



226987

- alcohol-benceno, se ha descubierto que estas dos clases de detergencias pueden hacerse mucho más suaves, por la adición de pequeñas proporciones de una clase de materiales que, a su vez, son buenos detergentes. Estos aditivos de elevada suavidad sinérgica son los productos de condensación sulfatados y neutralizados de alcoholes de moléculas elevadas, con óxido de etileno o de propileno, como se indicará más detalladamente a continuación. Pueden clasificarse en general como sulfatos de éter alcohílico. El efecto de suavidad
45. aditiva, no se nota en las especies separadas y purificadas de sulfato alcohílico de glicol monoetilénico, sulfato alcohílico de glicol dietilénico y sulfato alcohílico de glicol trietilénico. Puede descubrirse en el sulfato purificado y separado de glicol tetraetilénico, pero no en proporción aprovechable. El efecto alcanza proporciones útiles en el sulfato alcohílico de glicol pentaetilénico.
- 50.
- 55.

Los métodos de preparación de estos compuestos, son bien conocidos. La patente Norteamericana nº 1.970.578, concedida a Conrad Schoeller y a Max Wittwer, en su ejemplo 1, describe la preparación de un éter alcohílico en el que la porción media tiene, aproximadamente el 50% de alcohol dodecílico. En el ejemplo 26, se describe la clorosulfonación del producto obtenido condensando 4 mols. de óxido de etileno con 1 mol. de alcohol octadecílico.

- 60.
65. La patente norteamericana nº 2.644.831, concedida a Milton Kosmin, en su ejemplo 1 describe la preparación de un sulfato de éter alcohílico y sodio, en el que el éter es el glicol pentaetilénico, y el alcohol es el 7-etil-2 metil-undecanol-4.

70. Cuando un número dado, por ejemplo 5, de moléculas



- de óxido de etileno se hacen reaccionar con 1 mol. de alcohol graso, los éteres alcohólicos obtenidos no son todos éter alcohólico de glicol penta-etilénico. Junto al valor central o principal, existe una distribución bastante amplia de especies. Se ha comprobado que se encuentra presente la especie o variedad éter alcohólico de glicol monoetilénico, y por extrapolación razonable, parece que se encuentra presente también al éter alcohólico de glicol decaetilénico.
75. Es probable que cuando un cierto número de mols. de óxido etilénico (designado por el subíndice x) se hace reaccionar con una mol. de alcohol graso, las especies o variedades presentes (designadas por el subíndice n) se extienden desde el éter alcohólico de glicol monoetilénico ($n = 1$) a un éter alcohólico de glicol polietilénico en el que el grado de
80. polimerización del glicol etilénico es, por lo menos, $2x$ (o sea, $n = 2x$). La dificultad para determinar la proporción y grados de polimerización de las especies más elevadas, es tal que, al hablar del producto de reacción obtenido cuando se hacen reaccionar x mols. de óxido de etileno con una mol.
85. de alcohol graso, es conveniente tener presente que la especie de este producto que se presenta más a menudo es la que tiene un valor de n igual al valor x de los cuerpos en reacción. Puede hablarse de éste como del valor modal, (ver diccionario completo de Webster, 2ª Edición "Modo - La partida en una serie
90. de valores estadísticos, que se presentan con más frecuencia"). Aunque puede calcularse la composición del producto de condensación de 5 mols. de óxido de etileno con 1 mol. de un alcohol de peso molecular elevado, determinando la cantidad de mono-, bi-, tri-, y tetra-óxido de etileno combinados con el alcohol y extrapolando para determinar el
- 100.



105. penta-óxido y otros de etileno combinados con el alcohol, no se ha separado, en forma pura, el glicol alcohólico pentaetilénico, ni ningún homólogo más elevado. La indicación de que el efecto de mayor suavidad empieza en el sulfato alcohólico de glicol pentaetilénico, se funda en el hecho de que cuando se hacen reaccionar 5 mols. de óxido de etileno con 1 mol. de alcohol graso sulfatado y neutralizado, o sea cuando $r = 5$, el componente predominante es el sulfato alcohólico de glicol pentaetilénico y sodio, y este
110. cuerpo es un aditivo eficaz de suavidad, y es varias veces más eficaz que el glicol alcohólico tetraetilénico, aislado, sulfatado y neutralizado.

115. El efecto aditivo de suavidad de los sulfatos de éter alcohólico, aumenta al aumentar la cantidad de óxido de etileno por mol. de alcohol de peso molecular elevado, hasta unas diez mols. de óxido de etileno por mol. de alcohol de elevado peso molecular; por encima de este punto, deja de aumentar, y los valores se mantienen en el valor del producto de diez mols. hasta unas 100 mols. de
120. óxido de etileno. Estos productos sulfatados y neutralizados se denominan sales sulfatadas de éter alcohólico, y pueden representarse por $R(OC_2H_4)_rOSO_3M$, siendo R un alcoholo de 10 a 20 carbonos; r un valor de 5 a 100 y representa el número de mols. de óxido de etileno condensadas con una
125. mol. de alcohol de elevado peso molecular, y representa también el valor molar del grupo polímero de óxido de etileno, obtenido cuando r mols. se combinan de este modo, y M es un material neutralizador alcalino, que puede ser sodio, potasio, calcio, magnesio, amoníaco, o amoníaco
130. alcoholol-sustituido, siendo el sustituyente etanol o



propanol. Estas sales sulfatadas de éter alcohólico, son buenos detergentes (agentes de limpieza) aunque sus cualidades saponificantes empiezan a disminuir para $r = 5$, y en los que $r = 25$ o superior, son saponificantes débiles.

135. Aunque los detergentes sulfato alcohólico de éter de glicol mono-etílico y sodio, sulfato alcohólico de éter de glicol dietilénico y sodio, y sulfato alcohólico de éter de glicol trietilénico y sodio, no actúan como aditivos de suavidad, y el sulfato alcohólico de éter de glicol tetra-etilénico y sodio tiene un reducido valor como aditivo de suavidad, estos cuerpos (o sea $n = 1, 2, 3$ y 4) no son irritantes. Los productos de reacción sulfatados y neutralizados de menos de 5 mols. de óxido de etileno con 1 mol. de alcohol graso, contienen, como antes se indicó, cantidades moderadas de las especies, glicol pentaetilénico sulfatado y neutralizado, y homólogos superiores al penta. Las cantidades aproximadas son las siguientes:

Mols. de óxido de etileno/Mol de alcohol.	Contenido penta y superior.
---	-----------------------------

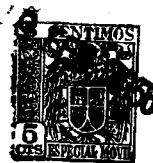
150.	1	5%
	2	10%
	3	25%
	4	38%

155. Estos éteres alcohólicos, especialmente los de 3 y 4 mols. de óxido de etileno por mol. de alcohol, una vez sulfatados y neutralizados, pueden usarse como aditivos de suavidad o suavizadores. Desde luego si así se emplean, han de utilizarse en cantidad tal que la proporción de homólogos alcohólicos penta y superiores de sulfato de éter de glicol etilénico y sodio sea adecuada. Esto requiere
- 160.



que $R(\text{OC}_2\text{H}_4)_5 + \text{OSO}_3\text{M}$, en la que 5+ indica valores de n de 5 y superiores, sean de 5 a 100% de los detergentes irritantes.

- En el ensayo de los detergentes para la suavidad y para el efecto aditivo de la misma, se emplea una escala de 1 a 10 para graduar los efectos de exposición prolongada, en la que 10 es el efecto de un detergente teóricamente perfecto, en otros términos, sin efecto apreciable una hora aproximadamente después de la inmersión; 1 es una epidermis profundamente agrietada, y los demás valores están comprendidos entre éstos. Los ensayos pueden realizarse poniendo en contacto la epidermis de seres humanos con una solución de detergentes. La inmersión de la mano o el brazo, los ensayos locales, los ensayos en copa y los de lavado de la cara, se han llevado a cabo también, pero se ha comprobado que es posible sumergir cobayas en la solución hasta la espalda, y por la inspección del animal se llega a un valor que cuadra perfectamente con los resultados de un ensayo menos severo en la epidermis humana. Se realizó un estudio ^{detallado} con 13 detergentes para determinar la correlación entre los ensayos con cobayas y las reacciones de la epidermis humana. Con cada uno de los 13 detergentes, se realizó una serie de ensayos con cobayas y sobre la base de estos resultados se clasificaron los detergentes en el orden de su suavidad. Este, en la epidermis humana, se determinó por multitud de ensayos. Se utilizó un grupo de unas 300 amas de casa, para cada uno de los detergentes. A estas colaboradoras se les entregaron los detergentes en cajas sin letrero alguno, identificadas solamente por una letra tal como "M" o "N", y se les rogó que los utilizaran con regularidad en el lavado de la vajilla. Las manos de esas mujeres fueron
- 165.
- 170.
- 175.
- 180.
- 185.
- 190.



195. examinadas por médicos antes de empezar a emplear el detergente, y después de unas 2 semanas de emplear el mismo. Los reconocimientos se realizaron corrientemente, por lo menos una hora después del empleo del detergente, de modo que no se hacía visible ningún efecto temporal de la inmersión de las manos. Se rogó a las mujeres que emplearan los detergentes para todos los usos domésticos corrientes, siendo el más importante el lavado de la vajilla.

200. Después de la clasificación por los medios del efecto de los detergentes sobre las manos de las usuarias, con los datos disponibles se clasificaron los detergentes en cuanto a su suavidad. Se calculó el grado de correlación (ver pag.25 de "Esquema de Métodos Estadísticos", de Arkin and Colton, 4ª edición, Barnes and Noble).

205.
$$r = 1 - \frac{6 \sum (D^2)}{N(N^2-1)}$$

para los ensayos con cobayas, con respecto a la clasificación de los médicos. Resultó ser de +0,88. En este tipo de correlación, un acuerdo perfecto se calcula como 1,0 y un desacuerdo completamente contrario se representa por -1,0. Así, un valor de 0,88 permite predecir con toda confianza una suavidad para las manos, en vista de los ensayos realizados con cobayas.

210. Los peritos en experimentos biológicos, comprenderán que existe una variación considerable en las reacciones de los individuos pertenecientes a un mismo grupo, a la exposición de un tipo u otro; esto es cierto ya sean los individuos cobayas o seres humanos.

215. Aunque la exposición al sulfonato de alcoholbenceno hizo que los cobayas clásicos dieran un valor de 3, y el sulfato alcohólico dió un valor de 2, ocasionalmente

220.



pueden encontrarse cifras distintas de éstas. Los valores indicados y empleados en los ejemplos, son típicos y están apoyados por muchos experimentos.

225. Cuando a los detergentes de sulfonato de alcohol-benceno se les añade de 5% a 100%, aproximadamente de sulfato de éter alcohílico que contenga 5 o más mols. de óxido de etileno por mol. de alcohol de elevado peso molecular, la mezcla se eleva a un grado siempre superior al calculado por una relación directamente proporcional.
230. Esto es una cosa inesperada. Por ejemplo, si se toman dos partes de sulfonato de alcohol-benceno con un grado de 3, y una parte de sulfato de éter alcohílico con un grado de 9, podría esperarse tener un grado de $\frac{(1 \times 9) + (2 \times 3)}{3} = 5,0$. En lugar de esto se encuentra un grado o graduación de 8 a 9.
- 235.

240. Cuando al sulfato alcohílico se le añade de 5% a 100% aproximadamente de sulfato de éter alcohílico en el que el éter contenga 5 o más mols. de óxido de etileno por mol. de alcohol de peso molecular elevado, la mezcla se eleva a un grado o graduación siempre superior al que se calculó por una relación directamente proporcional. Esta suavidad de un detergente relativamente áspero, conseguida añadiéndole una pequeña proporción de un sulfato de éter alcohílico, es muy inesperada. Por ejemplo, si se toman 2 partes de sulfato alcohílico con una graduación de 2, y 1 parte de sulfato de éter alcohílico con una graduación de 8, puede esperarse una graduación de $\frac{(1 \times 8) + (2 \times 2)}{3} = 4,0$. En lugar de este valor, se encuentra una graduación de 7 a 8. La importancia de este descubrimiento es que los sulfonatos de alcohol-benceno más
- 245.
- 250.

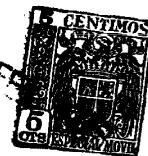
29 FEB



económico y los sulfatos alcohólicos que mejor saponifican, se mejoran así en alto grado en cuanto a la suavidad, sin un aumento apreciable de corte o disminución de la saponificación.

255. Una razón para sugerir un campo tan amplio de empleo de los sulfatos de éter alcohólico para modificar la irritación de los sulfatos alcohólicos y de los sulfonatos de alcohol benceno, es el hecho de que cuanto mayor sea la concentración del detergente o detergentes irritantes, tanto más, relativamente, aditivo de suavidad puede utilizarse ventajosamente. Así, una solución de los detergentes irritantes a una concentración del 1% (proporción muy elevada) puede precisar una cantidad igual (1%) del sulfato de éter alcohólico para la efectividad máxima,
260. mientras que con una concentración de 0,25% de detergentes irritantes, bastaría una proporción de sulfato de éter alcohólico igual a la décima parte de la concentración (o sea 0,025%). En algunos casos 1/20 de parte de sulfato de éter alcohólico es eficaz para una parte de sulfato de alcohol, sulfonato de alcohol-benceno, o mezclas de ambos.
265. En los ejemplos siguientes, representativos de ensayos mucho más extensos, se emplean abreviaturas tales como "sulfato de $(EtO)_8$ y alcohol" para indicar el producto de condensación, sulfatado y neutralizado, de 8 mols. de óxido de etileno con 1 mol. de alcohol de peso molecular elevado; los subíndices numéricos de estos ejemplos, son valores "x" y no valores "n".
270. EJEMPLO 1 -

275. Ensayo por inmersión de cobayas. Se sumergieron



los animales en una solución al 0,25% de porción media de sulfato de alcoholilo y sodio en la que el alcoholilo tenía la composición siguiente:

285. 66% de C₁₂
 24% " C₁₄
 10% " C₁₀ y C₁₆

El grado de suavidad estaba comprendido entre 1 y 2.

290. Se sumergieron otros dos animales en una solución al 0,25% del sulfato de alcoholilo y sodio anterior, a la que se añadió 0,1% de sulfato de alcoholilo (EtO)₅ y sodio siendo el alcoholilo de la misma porción media de alcohol graso que el empleado al preparar el sulfato de alcoholilo. El grado de suavidad fué de 8 en todos los animales.

EJEMPLO 2 -

295. Ensayo por inmersión de cobayas. Se sumergieron dos animales en la solución de sulfato de alcoholilo al 0,25%, del ejemplo 1; el grado era de 1-2. Se sumergieron otros dos animales en la misma mezcla, con 0,1% de sulfato de alcoholilo (EtO)₈ y sodio. El alcoholilo era de la misma porción media de alcohol empleada para preparar el sulfato de alcoholilo. La graduación fué de 10 en todos los animales.
- 300.

EJEMPLO 3 -

305. Ensayo por inmersión de cobayas. Los materiales fueron los del ejemplo 2, sulfato alcohílico de coco y sulfato de alcoholilo (EtO)₈ y sodio. El sulfato de alcoholilo se empleó a la misma concentración de 0,25%; pero el sulfato de alcoholilo (EtO)₈ se utilizó a la concentración de 0,025%. El grado fué de 4 y 5 en los animales ensayados con esta mezcla, comparado con el calculado de solo 2,6 que podía esperarse. Esto indica que el aditivo suavizador es bastante
- 310.



apreciable al emplearse solo en un 10% con respecto al detergente irritante, aunque no es del todo eficaz.

EJEMPLO 4 -

315. Se preparó una solución de la sal sódica de la porción media de sulfato alcohólico de coco a una concentración de 0,25%. Los cobayas sumergidos en ella tenían una graduación de 3. A otra parte de la solución, se le añadió 0,125% de sulfato de alcohol de sebo (EtO)₁₀. Los animales de ensayo sumergidos en esta mezcla acusaron una graduación de 10 y 8.

EJEMPLO 5 -

325. Se prepara un detergente líquido para el lavado de vajilla, de suavidad excepcional, mezclando las siguientes partes en peso de los productos que se indican; todos los alcohilos son porciones medias de coco:

Sulfato de alcohilo y amonio	19 partes
Sulfato de alcohilo (EtO) ₅ y amonio	19 "
Monoetanol-amida de coco	10,5 "
Alcohol etílico	26 "
330. Agua	25,5 "

EJEMPLO 6 -

335. Se preparó una solución al 0,25% de sulfonato de polipropileno-benceno y sodio. Dos cobayas sumergidos en ellas acusaron una graduación de 3. A otra parte de esta solución se le añadió 0,05% de sulfato de alcohol de sebo (EtO)₅ y sodio. En esta solución se sumergieron dos cobayas; uno de ellos dió una graduación de 8; el otro, de 10.

EJEMPLO 7 -

340. Se utilizaron los materiales del ejemplo 1, pero el sulfato de alcohol de sebo (EtO)₅, se añadió a la

226987

29 FEB 1958



- 13 -

345. solución al 0,25% de sulfonato de alcohol-benceno, de modo que la concentración del sulfato de alcohol $(EtO)_5$ era de 0,025%. Los animales de ensayo dieron graduaciones de 7 y 8. Esto demuestra la efectividad del aditivo de suavización, al 10% de la concentración del sulfonato de alcohol-benceno.

EJEMPLO 8 -

Se preparó una solución al 0,25% de sulfonato de propileno-benceno y sodio. Los animales sumergidos en esta solución dieron graduaciones desusadamente elevadas, 4 y 5.

350. A una parte de esta solución se le añadió el producto sulfatado y neutralizado con sosa de la reacción entre 23,6 mols. de óxido de etileno y un alcohol graso C_{18} suficiente para llevar la concentración a 0,025. Los animales expuestos en esta solución acusaron ambos una graduación de 10.

355. Los alcoholes de sebo empleados para preparar los suavizadores aditivos, pueden obtenerse por reducción con sodio del sebo no endurecido, conteniendo así la no-saturación del sebo primitivo, o pueden hidrogenarse resultando así casi completamente saturados.

360. Aunque los sulfatos de sebo y de éter alcohílico de C_{18} parecen algo mas eficaces como suavizadores aditivos, y son preferidos por esta razón, así como por el coste, resultan eficaces otros alcohilos de peso molecular elevado.

365. Se ha ensayado sulfato de oxo-alcohol $(EtO)_5$ con 19 carbonos, y se ha comprobado que es eficaz como suavizador aditivo. Los sulfatos de éter alcohílico de cadena recta y 12 átomos de carbono, resultan eficaces como se indica en el ejemplo siguiente.

370. EJEMPLO 9 -

Se preparó una solución al 0,5% de sulfonato de



375. alcohol-benceno y sodio. Los dos cobayas sumergidos en ella, tenían una graduación de 4. A la solución se le añadió sulfato de coco y alcohol (EtO)₈, de la porción media, suficiente para llevar su concentración a 0,25% del sulfato de alcohol (EtO)₈. Los animales sometidos a ensayo acusaron una graduación de 10 después de la inmersión.

EJEMPLO 10 -

380. Se prepara un detergente líquido para el lavado de vajilla, mezclando las partes en peso indicadas de los productos siguientes:

	Sulfato de alcohol (EtO) ₅ y amonio (porción media de coco)	19	partes
	Benceno-sulfonato de alcohol y amonio..	19	"
385.	Monoetanol-amida de coco	7	"
	Alcohol etílico	30	"
	Agua	25	"

390. Este es un detergente eficaz para platos, cristalería, etc. y para las manos, resulta más suave que la composición en que las 19 partes de sulfato de alcohol (EtO)₅ se sustituyen por una cantidad igual de agua.

EJEMPLO 11 -

395. Se obtiene un detergente de gran suavidad, introduciendo en un mezclador los productos siguientes:

400. 40 partes en peso de alcohol-benceno sulfonado y neutralizado con sosa, en forma de pasta que contenga además de las 40 partes, el agua de hidratación más la introducida con el cáustico empleado para neutralización, más el sulfato sódico formado por la neutralización del exceso de ácido.

405. 40 partes en peso de sulfato de alcohol, neutralizado con sosa, con el agua y el sulfato sódico que le acompañan. El alcohol es de la porción media del coco.

20 partes en peso de alcohol de coco, de la porción media, condensado con 3 mols. de óxido de etileno

226987

29 FEB



- 15 -

410. y sulfatado y neutralizado con sosa cáustica. La condensación del alcohol con el óxido de etileno se lleva a cabo con un catalizador alcalino que produce una serie de éteres alcohólicos que contendrán (una vez sulfatados y neutralizados) más del 20% de las especies $R(EtO)_5+OSO_3Na$, donde 5+ significa 5 y más. Estas especies constituirán por tanto más del 5% de la suma del sulfonato de alcohol benceno y del sulfato de alcohol de coco, de la porción media.

285 partes en peso de tripolifosfato de sodio.

415. 85,5 partes en peso de solución de silicato sódico que contengan 32,2 partes en peso de silicato sólido.

420. Esta mezcla, se seca por pulverización, del modo convencional, y los gránulos se pulverizan con 11,5 partes de aglomerante orgánico, constituido por monoetanolamida de coco y alcohol graso. Esto proporcionará un producto formado por 17,5% de detergente sintético activo (integrado por sales sódicas de sulfonato de alcohol-benceno, 40 partes; sales sódicas de sulfato alcohólico de coco, 40 partes; sales sódicas de sulfato de éter alcohólico, 20 partes); tripolifosfato de sodio 50%; silicato sólido 6%; sulfato sódico, 16%; aglomerante orgánico, 2%; humedad, 8,5%.

425. EJEMPLO 12 - Este ensayo se realizó en la epidermis humana. En la parte interna del brazo del individuo se sujetaron recipientes de poca profundidad que contenían las soluciones de detergente. Los recipientes que contenían el sulfonato de alcohol-benceno y el sulfonato de alcohol-benceno con suavizador de adición, se ataron con cintas al brazo del mismo individuo. Se utiliza la misma escala, en la que 10

430.

435.



significa efecto nulo, y 1 es un daño elevado.

Se usó en uno de los recipientes, solución al 0,50% de sulfonato de alcohol-benceno y sodio, y produjo un efecto caracterizado por 4,5.

440. La misma solución con adición de 0,25% de la sal sódica de sulfato de sebo $(EtO)_5$, fué la que se uso en otro recipiente. El efecto se caracterizó por 7,5.

EJEMPLO 13 -

445. Se obtiene un shampoo de espuma excelente preparando primero una solución al 20% de alcohol etílico en agua, y haciendo después la mezcla siguiente:

75 partes en peso de solución alcohol-agua.

11,5 partes en peso de sulfonato de alcohol-benceno y trietanolamina.

450. 9,5 partes en peso de sal de trietanolamina del producto de reacción de 5 mols. de óxido de etileno con 1 mol. de alcohol de coco, porción media.

4 partes de monoetanolamida de coco.

455. Esta preparación puede colorearse y perfumarse para atender las necesidades del mercado.

EJEMPLO 14 -

460. Se preparó una solución que contenía 0,50% de sulfonato de alcohol-benceno y sodio más 1,50% de tripoli-fosfato de sodio $(Na_5P_3O_{10})$ y se colocó en un recipiente que se sujetó en la parte interior del brazo de un individuo. El efecto se caracterizó por un 2.

465. Se colocó en un recipiente, que se sujetó en otra sección del brazo del mismo individuo, una parte de la misma solución, con 0,25% de sulfato de sebo $(EtO)_5$.



Produjo un efecto caracterizado por un 8.

EJEMPLO 15 -

Puede prepararse un producto sintético para aseo, suave, de aspecto excelente, de acuerdo con la fórmula siguiente:

470.

35 partes en peso de sulfato de alcoholilo y sodio, porción media del coco.

475.

5 partes en peso del producto de reacción, sulfatado y neutralizado con sosa, de 5 mols. de óxido de etileno por mol. de alcohol de sebo.

30 partes en peso de jabón cálcico de ácidos grasos del sebo.

20 partes en peso de jabón de tocador, 20 coco, 80 sebo.

480.

5 partes en peso de humedad.

El ácido graso se añade al sulfato de alcoholilo y al sulfato de éter alcoholilo, en solución, y se añade lechada o pasta $\text{Ca}(\text{OH})_2$ en concentración tal que la humedad final de la mezcla sea 65%. La mezcla se seca sobre rodillos y el jabón de tocador en forma de pastillas se añade al amalgamador (mezclador en seco) y a continuación la mezcla se mueve, expulsa y estampa en equipo corriente en la industria del jabón.

485.

EJEMPLO 16 -

490.

Se prepara un granulado suave, del modo siguiente: se neutraliza un sulfonato ácido de alcohol-benceno, con una mezcla de hidróxidos de sodio y de magnesio, en proporciones tales que alrededor de la mitad de las sales de alcohol-benceno sean sales de magnesio. Se utiliza un exceso de ácido de para que/los sólidos de la mezcla neutralizada, 60 partes

495.



sosa de sulfato sódico y magnésico y 40 partes sea. sales de sulfato de alcohol-benceno.

500. Se toma una porción suficiente de la mezcla neutralizada para que contenga 30 partes de sales mezcladas de sulfonato de alcohol-benceno, se añaden 5 partes de un producto sulfatado de reacción, neutralizado con sodio, de 5 mols. de óxido de etileno con 1 mol. de alcohol de sebo.

Se añaden 15 partes de tripolifosfato de sodio y se seca por un procedimiento convencional de pulverización.

505. El producto final contendrá:

30 partes de sulfonato de alcohol-benceno mezclado

5 partes de sulfato de sebo $(EtO)_5+$ y sodio

45 partes de sulfato sódico

15 partes de tripolifosfato de sodio.

510. 5 partes de humedad.

EJEMPLO 17 -

En algunos tipos de máquinas lavadoras domésticas, la presencia de espuma en gran cantidad puede ser un inconveniente. Se obtiene un producto adecuado de espuma reducida, aplicando la fórmula siguiente:

515. Sulfonato de alcohol-benceno y sodio - 16 partes.
Alcohol de sebo condensado con 80 mols. de óxido de etileno, sulfatado y neutralizado con sosa cáustica - 3 partes.

520. Tripolifosfato de sodio - 75 partes.
Silicato de sosa, con el 40% de sólidos, - 15 partes.

El óxido de propileno puede hacerse reaccionar con alcoholes de elevado peso molecular, para formar éteres de óxido de alcohol-polipropileno $(PrO)_n$, que pueden sulfatarse y neutralizarse para obtener compuestos análogos

525.



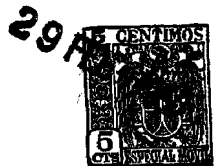
- a los sulfatos de alcoholo $(EtO)_r$. Se han ensayado algunas de estas preparaciones y se ha comprobado que tienen un efecto suavizador aditivo. Las propiedades de formación de espuma de los compuestos $R(OCC_3H_6)_rOSO_3Na$ descienden rápidamente al aumentar r ; el compuesto $r = 2$, enjabona mucho menos que el compuesto $r = 1$. Para algunos tipos de detergentes, puede usarse el óxido de propileno solo o mezclado con óxido de etileno, para formar sales de sulfato de éter alcohílico de polioxialquileno. Para formar un suavizador aditivo no se precisan tantas mols. de óxido de propileno, como de óxido de etileno. En un producto de éter mezclado de polioxialquileno, que contenga a la vez los grupos EtO y PrO , el efecto de suavidad aditiva empezará con unos 10 carbonos en la parte polioxialquilénica. En otros términos, un sulfato de éter alcohílico de polipropileno, o de polipropileno y de polietileno mezclados, puede ser un suavizador aditivo tan eficaz como un producto de polietileno con el mismo número de carbonos en la cadena polioxialquilénica.
- 530.
- 535.
- 540.
545. La naturaleza del radical alcoholo en los sulfatos de éter alcohílico, no parece tener un efecto dominante en los fenómenos de suavidad aditiva. El alcoholo puede estar saturado o no, ser de cadena recta o ramificada, primario o secundario con respecto al grupo OH . Los alcoholos de cadena larga parecen ser un poco más eficaces, pero pueden usarse los de cadena corta. El campo de 10 a 20 carbonos se elige sobre base de solubilidad y detergencia, más que el respecto a la suavidad.
- 550.

N O T A

555. Descrita suficientemente la naturaleza del invento,



- así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle, en cuanto no alteren su principio fundamental. También debe hacerse constar que el invento corresponde a una solicitud de patente norteamericana de fecha 25 de marzo de 1955, señalada con el nº de Serie 496.332, acogiéndose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor y siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención, por 20 años en España: "PROCEDIMIENTO PERFECCIONADO PARA LA FABRICACION DE DEPERGENTES"; caracterizándose por lo siguiente:
- 1º.- Procedimiento perfeccionado para la fabricación de detergentes, caracterizándose porque estos comprenden productos orgánicos aniónicos, de reacción sulfúrica, obtenidos del grupo que comprende sales de sulfato alcohílico, en las que por lo menos la mitad de los grupos alcohol tiene doce carbonos alcohólicos, y sales de sulfonato de alcohol-benceno en las que el grupo alcohol contiene de 9 a 15 carbonos, y mezclas de ambos cuerpos, que se hacen más suaves para la epidermis del usuario por la adición de 5% a 100% del peso de los productos aniónicos orgánicos de reacción sulfúrica, de por lo menos una sal soluble en agua de $R(X)_rOSO_3M$, siendo R un alcohol de 10 a 20 carbonos; X pertenece al grupo constituido por óxido de etileno y óxido de propileno, y mezclas de ambos; r es un valor de 5 a 100 y representa el número de mols. de óxido de alquileo condensadas con una mol. de R y M es una substancia alcalina perteneciente al grupo constituido por
- 560.
- 565.
- 570.
- 575.
- 580.
- 585.



calcio, magnesio, sodio, potasio, amonio y amonio alcoholol-sustituido, en el que el alcoholol contiene 2 o 3 carbonos, y mezcla de las substancias alcalinas mencionadas.

- 2^a.- Procedimiento perfeccionado para la
590. fabricación de detergentes, caracterizados porque éstos comprenden sales de sulfonato de alcohol-benceno, en las que el grupo alcohol contiene de 9 a 15 átomos de carbono, y están protegidos contra la irritación de la epidermis por la adición de 5% a 100% del peso del sulfonato de alcohol-benceno, de por lo menos una sal soluble en agua de $R(\text{OC}_2\text{H}_4)_r\text{OSO}_3\text{M}$, siendo R un alcohol de 10 a 20 carbonos; r tiene un valor de 5 a 100 y representa el número de mols. de óxido de etileno condensadas con una mol. de R; y M es una substancia alcalina perteneciente al grupo constituido por calcio, magnesio, sodio, potasio, amonio y amonio-alcoholol-sustituido, en el que el alcoholol contiene 2 o 3 carbonos, y mezclas de las substancias alcalinas mencionadas.
- 595.
- 600.

- 3^a.- Procedimiento perfeccionado para la
605. fabricación de detergentes, caracterizándose porque éstos ofrecen buenas propiedades de formación de espuma o jabonadura y suavidad y comprenden sales de sulfonato de alcohol-benceno y por estar protegidos contra la irritación de la epidermis, por la adición de 5% a 100% del peso de la sal de sulfonato de alcohol-benceno, de sales de sulfato de éter alcohólico; los sulfatos de éter alcohólico se preparan haciendo reaccionar de 5 a 10 mols. de óxido de etileno con una mol. de un alcohol de 10 a 20 átomos de carbono y sulfatando y neutralizando los éteres alcohólicos.
- 610.

615. 4^a.- Procedimiento perfeccionado para la fabrica-



ción de detergentes, según lo especificado en la reivindicación 2ª, caracterizándose porque los alcoholes que se hacen reaccionar con el óxido de etileno se extraen o derivan del sebo.

620.

5ª.- Procedimiento perfeccionado para la fabricación de detergentes, caracterizándose porque éstos comprenden cantidades apreciables de sales, solubles en agua, de sulfatos alcohólicos, en las que por lo menos la mitad de los radicales alcohilo son C_{12} , y se protegen contra

625.

la irritación de la epidermis por la adición de 5% a 100% en peso del sulfato alcohólico, de por lo menos una sal soluble en agua de la composición $R(O C_2 H_4)_x O S O_3 M$, siendo R un alcohilo de 10 a 20 carbonos; x una cifra comprendida entre 5 y 100 y representa el número de mols. de óxido de etileno

630.

condensadas con una mol. de R y M es un radical alcalino perteneciente al grupo constituido por calcio, magnesio, sodio, potasio, amonio y amoniaco alcohilol sustituido, en el que el alcohilol contiene 2 o 3 carbonos, y mezclas de cualesquiera de estas substancias.

635.

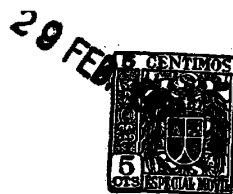
6ª.- Procedimiento perfeccionado para la fabricación de detergentes caracterizándose porque éstos ofrecen buenas propiedades de formación de espuma o jabonadura y suavidad, para la epidermis, y comprenden sales de sulfato de alcohilo y están protegidos contra la irritación de

640.

la epidermis por la adición de 5% a 100% en peso del sulfato de alcohilo, de sales de sulfatos de éter alcohólico preparadas haciendo reaccionar de 5 a 10 mols. de óxido de etileno con una mol. de un alcohol de 10 a 20 átomos de carbono, y sulfatando y neutralizando los éteres

645.

alcohólicos.



7^a.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 6^a, caracterizándose porque los alcoholes que se hacen reaccionar con el óxido de etileno se extraen o derivan del sebo.

650.

8^a.- Procedimiento perfeccionado para la fabricación de detergentes, caracterizándose porque éstos ofrecen buenas propiedades de formación de espumas o jabonadura y comprenden sales de sulfatos de alcoholilo y están protegidos contra la irritación de la epidermis, por la

655.

adición de 5% a 100% del peso del sulfato de alcoholilo, de sales de la fórmula $R(OC_2H_4)_nOSO_3M$, en la que R es un alcoholilo de 10 a 18 carbonos, n es un entero comprendido entre 5 y 10 inclusive y M es un material alcalino perteneciente al grupo constituido por sodio, potasio, calcio, magnesio y amonio alcoholilol-sustituido, en el que los sustituyentes tienen de 2 a 3 átomos de carbono.

660.

9^a.- Procedimiento perfeccionado para la fabricación de detergentes, caracterizándose porque éstos ofrecen buenas propiedades de formación de espuma o jabonadura y comprenden sales de sulfonatos de alcoholil-benceno y están protegidos contra la irritación de la epidermis por la adición de 5% a 100% del peso del sulfato de alcoholilo, de sales de la fórmula $R(OC_2H_4)_nOSO_3M$, en la que R es un alcoholilo de 10 a 18 carbonos, n es un número entero de 5 a 10 inclusive y M es un material alcalino perteneciente al grupo constituido por sodio, potasio, calcio, magnesio, amonio y amonio alcoholilol-sustituido, en el que los sustituyentes tienen de 2 a 3 átomos de carbono.

665.

670.

10^a.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1^a, caracterizándose porque el subíndice \underline{x}

675.



se sustituye por el subíndice \underline{n} y la definición de \underline{r} se sustituye por la siguiente: \underline{n} es un número entero que varía de 5 a 100 y representa el número de grupos X en una molécula de la sal citada.

680.

11^a.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 2^a, caracterizándose porque el subíndice \underline{r} se sustituye por el subíndice \underline{n} y la definición de \underline{r} se sustituye por la siguiente: \underline{n} es un número entero que varía de 5 a 100 y representa el número de grupos OC_2H_4 en una molécula de la sal citada.

685.

12^a.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 5^a, caracterizándose porque el subíndice \underline{r} se sustituye por el subíndice \underline{n} y la definición de \underline{r} se sustituye por la siguiente: \underline{n} es un número entero que varía entre 5 y 100 y representa el número de grupos OC_2H_4 en una molécula de la sal citada.

690.

13^a.- Procedimiento, perfeccionado para la fabricación de detergentes, caracterizándose porque éstos comprenden productos aniónicos orgánicos de reacción sulfúrica, obtenidos del grupo que comprende sales de sulfato alcohílico, en las que el alcohol contiene por lo menos el 50% de alcoholes de 12 carbonos, y sales de sulfonato de alcohol-benceno, en las que el grupo alcohol contiene de 9 a 15 átomos de carbono, y mezclas de ambos cuerpos, que se hacen más suaves para la epidermis del usuario, por la adición de 5% a 100% del peso de los productos aniónicos orgánicos de reacción sulfúrica, de por lo menos una sal soluble en agua de $\text{R}(\text{OC}_3\text{H}_6)_r\text{OSO}_3\text{M}$, siendo R un alcohol de 10 a 20 carbonos; \underline{r} tiene un valor de 4 a $66-2/3$ y representa el número de mols. de óxido de propileno conden-

695.

700.

705.



- sadas con una mol. de R y M es una sustancia alcalina perteneciente al grupo constituido por calcio, magnesio sodio, potasio, amonio y amonio-alcoholol-sustituído en el que el alcoholol contiene 2 o 3 átomos de carbono y mezclas de las sustancias alcalinas mencionadas.
- 710.
- 142.- Procedimiento perfeccionado para la fabricación de detergentes, caracterizándose porque éstos comprenden productos aniónicos orgánicos de reacción sulfúrica, obtenidos del grupo que comprende sales de sulfato alcohólico, en las que por lo menos la mitad de los grupos alcoholol son alcoholos de 12 carbonos, y sales de sulfonato de alcohol-benceno en las que el grupo alcoholol contiene de 9 a 15 carbonos y mezclas de ambos cuerpos, que se hacen más suaves para la epidermis del usuario por la adición de 5% a 100% del peso de los productos aniónicos orgánicos de reacción sulfúrica, de por lo menos una sal soluble en agua de $R(X)_r OSO_3M$ siendo R un alcoholol de 10 a 20 carbonos, perteneciendo X al grupo constituido por el óxido de etileno y el óxido de propileno y mezclas de ambos, representando r el número de mols. de óxidos de alcoholol condensadas con un R y teniendo un valor que requiere un mínimo de 10 carbonos en el grupo modal polioxialcoholol, y un máximo de 20 carbonos en el grupo citado y siendo M una sustancia alcalina perteneciente al grupo sustituido por calcio, magnesio, sodio, potasio, amonio y amonio alcoholol-sustituído, en el que el alcoholol contiene 2 o 3 carbonos y mezclas de las sustancias alcalinas mencionadas.
- 715.
- 720.
- 725.
- 730.
- 735.
- 152.- Procedimiento perfeccionado para la fabricación de detergentes; tal y como queda substancial-

226987 29 FEB



- 26 -

mente descrito en la presente memoria, que consta de veintiseis hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid 29 de febrero de 1956.

THE PROCTER & GAMBLE COMPANY.

J. GÓMEZ ACEBO Y MODET
P. P.