



245476

21 N

P A T E N T E  
D E  
I N T R O D U C C I O N

por "PROCEDIMIENTO, Y APARATO CORRESPONDIENTE, PARA LA PREPARACION DE COMPOSICIONES DE DETERGENTES", a favor de la firma española COMERCIAL HENKEL, S.A., domiciliada en BARCELONA, calle de Balmes, núm. 105.

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

- La presente invención se refiere a un procedimiento para preparar mezclas de detergentes las cuales contengan, además de un detergente orgánico sólido, por lo menos una substancia auxiliar que refuerce la acción de éste, en forma de partículas; procedimiento que se caracteriza por el hecho de mezclar íntimamente la substancia auxiliar sólida, finamente dividida, en presencia de humedad, con partículas del detergente orgánico sólido, en forma tal que la substancia auxiliar se aglomere en la superficie de las partículas del detergente.
- 5.
- 10.



21  
245476

Es sabido que los detergentes orgánicos, por ejemplo el jabón y los detergentes sintéticos, carecen de ciertas propiedades deseables para los fines de la limpieza casera. También es sabido que ciertas combinaciones orgánicas e inorgánicas poseen la facultad de mejorar en algunos sentidos la acción de los detergentes orgánicos.

Se conocen diversas maneras de incorporar tales sustancias auxiliares a las mezclas de detergentes. Una de ellas consiste en entremezclar en seco las partículas del detergente orgánico y de la sustancia auxiliar. Otra manera consiste en transformar el detergente y la sustancia auxiliar, con ayuda de agua, en una pasta flúida, que luego se lleva por medio de una bomba a un secador de rodillos o a una torre pulverizadora para secarla por la acción del calor. Otro procedimiento consiste en verter una mezcla flúida de los componentes, a altas temperaturas, en un molde o un bastidor, donde se solidifica, y en desmenuzar consecutivamente la pasta solidificada. Todos estos métodos presentan ciertas desventajas.

Se ha comprobado que para mezclar componentes secos es ventajoso escoger un tamaño tal para las partículas de los diversos componentes, que éstos se disuelvan en el agua con una rapidez aproximadamente igual. Como sea que la solubilidad de los diversos componentes resulta de ordinario notablemente distinta, es necesario escoger diversos tamaños de partícula para los distintos componentes si se quiere mantener una rapidez de disolución más o menos uniforme. Pero las mezclas de esta clase tienden a separarse en el envase durante el transporte, se aglomeran en una masa que cuesta hacer salir del recipiente y el producto presenta además la desagradable desventaja de levantar polvo cuando se utiliza.

245476



.3.

- Las mezclas secadas por medio del calor son por lo general enteramente satisfactorias si se mantiene a un mínimo la proporción de partículas finísimas y si ninguna de las sustancias auxiliares empleadas en la mezcla no se descompone con el calor durante el secado. Existen, sin embargo, muchas sustancias auxiliares buenas que se descomponen en las circunstancias que concurren a la operación de secado por calentamiento. Entre ellas se hallan las persales y los tripolifosfatos. En el caso de las persales la descomposición, que durante el secado por pulverización suele ser completa, resulta no sólo consecuencia del calor, sino también de la humedad que es necesaria para preparar la mezcla a fin de secarla por calentamiento. En el caso del tripolifosfato varía dentro de amplios límites el grado de descomposición en combinaciones de fosfato menos condensadas, dependiendo de las condiciones en que se efectúa la mezcla y el secado por calentamiento. Se ha comprobado que en las condiciones de operación técnica habituales la descomposición puede llegar a ser del 10 al 35% y en ciertas circunstancias aún mucho mayor.
- El procedimiento de moldeo se halla sujeto a las mismas limitaciones que el procedimiento de secado por pulverización, cuando los componentes son inestables frente a la humedad y/o las altas temperaturas. Este procedimiento exige, por lo demás, mucho tiempo para la solidificación, a consecuencia de lo cual se necesita disponer de mucho espacio para trabajar en gran escala. Aparte de eso, requiere medidas complementarias que se evitan en el secado por calentamiento. Estas medidas complementarias son caras y el producto obtenido carece en general de la fluidez de manejo y el aspecto atractivo que sería de desear.
- 5.
  - 10.
  - 15.
  - 20.
  - 25.
  - 30.



245476

Ahora bien, se ha descubierto que las desventajas mencionadas de que adolecen los procedimientos empleados hasta aquí pueden superarse o reducirse considerablemente procediendo según el invento que presentados.

- 5. Desde el punto de vista de la operación, el procedimiento a que se refiere el invento presenta numerosas ventajas sobre los procedimientos anteriores. Una de ellas consiste en que no es necesario someter a ningún calentamiento ni a humectación excesiva la substancia auxiliar que se ha de mezclar con las partículas sólidas de detergente, de modo que quedan eliminadas por entero, o por lo menos en grado considerablemente substancial, las descomposiciones. Así se hace posible utilizar completamente la cantidad total de substancia auxiliar empleada y se amplía notablemente el campo de acción de la substancia auxiliar o de las substancias auxiliares operantes.
- 10. Mezclas que con los anteriores procedimientos, a excepción de los procedimientos de mezclado mecánico, sólo podían fabricarse de manera insatisfactoria, con el procedimiento a que se refiere este invento resultan económicas y satisfactorias.
- 15. Por lo que atañe al producto, el invento que presentamos es ventajoso, porque el producto puede obtenerse fácilmente en forma fluyente, resistente al desmenuzamiento y a la formación de polvo, al mismo tiempo que los componentes quedan bien distribuídos y protegidos contra la separación de la mezcla y el producto adquiere un aspecto atractivo.
- 20. La mezcla de substancia auxiliar y detergente se mantiene en fuerte agitación para que no haya formación de grumos, sino que la substancia auxiliar se aglomere únicamente sobre la superficie de las partículas de detergente. Después de la operación de mezcla, por lo menos una parte considerable de
- 25.
- 30.

La mezcla de substancia auxiliar y detergente se mantiene en fuerte agitación para que no haya formación de grumos, sino que la substancia auxiliar se aglomere únicamente sobre la superficie de las partículas de detergente. Después de la operación de mezcla, por lo menos una parte considerable de



245476

la superficie de las partículas de detergente orgánico está recubierta de sustancia auxiliar. De preferencia se emplea un tambor mezclador que pueda alimentarse, en forma continua o intermitente, con cargas de detergente y sustancia auxiliar.

5. Las sustancias auxiliares deben ser aptas para aglomerarse sobre las partículas del detergente orgánico durante el movimiento y para permanecer en este estado de aglomeración durante el tratamiento y el almacenaje. Sustancias auxiliares particularmente apropiadas son los fosfatos formadores de hidratos, como el tripolifosfato sódico, el tetrapirofosfato sódico, el dihidrogenopirofosfato disódico, el triortofosfato sódico, etc.

10. Importancia particular tiene el tripolifosfato sódico, y ello por diversos motivos, entre los cuales merecen mencionarse los siguientes: Con la adición de agua recristaliza por hidratación y adopta un estado viscoso en el cual se adhiere bien a las partículas de detergente, con lo cual se obtiene un producto de excelentes cualidades y que prácticamente no se aglutina. Junto con un fosfato de esta clase pueden emplearse además sustancias adicionales auxiliares y otros aditivos, entre ellos incluso los que no son aptos para aglomerarse sobre las partículas del detergente orgánico y adherirse a ellas, como por ejemplo Na-carboximetilcelulosa, alcoholes grasos superiores como el alcohol láurico y el cetílico, amidas de ácidos grasos superiores como la amida láurica y la etanolamida del ácido graso de aceite de coco, agentes para impedir la corrosión o el empañamiento como la dietiltiourea, colorantes fluorescentes como los derivados de estilbena (que, aunque prácticamente incoloros, por acción de la luz ultravioleta dan fluorescencia azul), perfumes, etc. Estos componentes adicionales
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

245476



.6.

pueden agregarse en forma de polvo fino, en estado de fusión o en solución, ya sea por separado o mezclados con otros componentes.

5. En calidad de detergentes orgánicos entran en consideración los jabones y los detergentes anionactivos, cationactivos y otros. Las partículas del detergente pueden constar de componentes activos prácticamente puros o bien pueden contener ya sustancias auxiliares, agentes de relleno y otros aditivos. Los materiales que son inestables o volátiles en las condiciones en que se realiza la preparación de las partículas, se agregan de preferencia durante la operación de revestimiento, en vez de efectuarlo durante la preparación de las partículas del detergente orgánico. Las partículas pueden prepararse, por ejemplo, por medio de secado por pulverización, secado por laminación, enfriamiento por pulverización, enfriamiento por laminación, enfriamiento por moldeado, si a mano viene con reducción al tamaño de partículas deseado por medio de desmenuzamiento.

20. Ejemplos de jabones apropiados son las sales alcalinas, amónicas y amónicas substituídas de los ácidos grasos superiores como el laurato sódico, el estearato sódico, y las sales sódicas de los ácidos grasos de grasas y aceites naturales o mezclas de ellas, que si se quiere pueden hidratarse.

25. En calidad de detergentes sintéticos anionactivos son aptos, por ejemplo: alquilsulfatos como el laurilsulfato sódico, el cetilsulfato sódico y el oleilsulfato sódico, las sales sódicas del éster sulfúrico de la mezcla de alcoholes grasos derivados de aceites del grupo del de coco, alquil-arilsulfonatos como las sales de Na, K y  $NH_4$  de los ácidos sulfónicos aromáticos alquilados, mono o polinucleares, como
- 30.

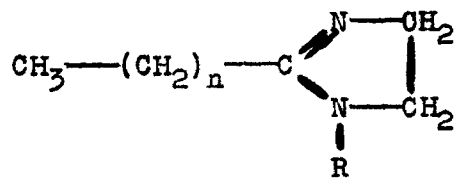


245476

- por ejemplo Na-dodecylbenzolsulfonato, K-decylnaftalinsulfonato y querilbenzolsulfonato amónico, sulfatos y sulfonatos de éteres grasos superiores y ésteres grasos superiores de combinaciones polioxi, como por ejemplo las sales sódicas de
5. los alcoholes superiores derivados de los ácidos grasos del aceite de coco que están eterificados con ácido 1,2-dioxi-propan-3-sulfónico, las sales sódicas de los ésteres sulfúricos de los monoglicéridos de ácido graso de aceite de coco, las sales sódicas del éster monoico de aceite de palmiche del
10. ácido 1,2-dioxi-propan-3-sulfónico, sulfatos de alquilolamidas de ácidos grasos superiores, como por ejemplo las sales sódicas de las etanolamidas sulfatadas de ácido graso de aceite de coco, las sales sódicas de los ésteres superiores de ácidos inferiores oxialquilsulfónicos, como por ejemplo éster oleico del
15. ácido isetiónico, las sales de amidas grasas superiores de ácidos inferiores aminoalquilsulfónicos, como por ejemplo las sales sódicas de la amida oleica de la N-metiltaurina, etc.

En calidad de detergentes sintéticos cationactivos son aptas, por ejemplo: las aminas terciarias heterocíclicas alquilsustituídas de la fórmula

20.



en las cuales el grupo alquilo se deriva de ácidos grasos del aceite de coco, el sebo, etc., las sales de los éteres poli-etilénicos de las aminas alifáticas, etc.

Otros ejemplos de detergentes apropiados son los con-



245476

densados sólidos de alquilolaminas grasas, condensados de ácidos grasos con óxido de etileno, condensados de óxido de etileno de amidas de ácidos grasos, éter polioxietilénico, éster polioxietilénico de ácidos grasos, etc.

5. Pueden emplearse también varios detergentes y sustancias auxiliares al mismo tiempo.

El tamaño de las partículas de sustancias auxiliar y de detergente puede variar dentro de amplios límites. Pero la sustancia auxiliar ha de estar dividida mucho más finamente

10. que el detergente. En general es conveniente que las partículas del detergente sean en su mayor parte de naturaleza tal que pasen por un tamiz de 8 mallas por cm corriente, pero sean retenidas en un tamiz de 40 mallas por cm corriente. Un producto que contenga más del 10% de partículas finas que pasen por un

15. tamiz de 40 mallas por cm corriente no da por lo general ningún buen resultado. El tamaño más conveniente para las partículas de las sustancias auxiliares es el que permite el paso de la mayor parte de las sustancias auxiliares o la sustancia auxiliar por un tamiz de 79 mallas por cm corriente. Apropriados

20. son, por ejemplo, los tripolifosfatos sódicos que dan el siguiente análisis de tamizado:

Muestra	Número de mallas por cm corriente y porcentaje de residuo retenido					Paso
	24	34	40	79	125	
A	0.1	1.0	0.4	10.0	29.7	57.9
B	-	-	0.3	14.4	20.9	64.4

El invento se refiere además a un dispositivo para llevar a cabo el procedimiento expuesto, dispositivo que se caracteriza por una instalación mezcladora que gira en torno a un eje aproximadamente horizontal, por medios para aportar

25.



a la instalación mezcladora partículas de detergente orgánico y substancia auxiliar sólida finamente dividida, en proporción relativa predeterminada, por medios para introducir humedad en la instalación mezcladora y por medios para extraer de la

5. instalación mezcladora las partículas de detergente recubiertas con la substancia auxiliar. En el dibujo que se acompaña ésta representada una instalación apropiada.

La figura 1, es un diagrama esquemático de circulación que muestra la parte de la instalación donde se recubren con

10. la substancia auxiliar las partículas previamente conformadas del detergente orgánico,

La figura 2, es un corte del tambor de recubrimiento, tomado en la línea 3-3 de la figura 1,

En la instalación de la figura 1 la conducción 51 está

15. unida con un dispositivo de dosificación gravimétrica 52 para la alimentación con partículas de detergente sólido y por medio de un transportador 53 y de la canal 54 con el tambor giratorio 55. Existe un segundo depósito 56 para la substancia auxiliar sólida, desde el cual ésta llega al tambor 55 por vía

20. del dosificador 52 a una velocidad predeterminada en relación exacta con la cantidad de partículas de detergente. Con el dispositivo transportador 53 está unido además un dispositivo mezclador 58 (por ejemplo, un micropulverizador o mezclador cónico) que tiene una salida que lo une con el depósito 59 y un do-

25. sificador gravimétrico 60, de modo que se puede alimentar con material procedente del mezclador el dispositivo transportador, en relación adecuada a los otros componentes. Puede disponerse el número que se quiera de estos depósitos y dispositivos alimentadores, sin o con mezclador.

30. El tambor giratorio 55 posee una pared terminal 61,



245476

21

con la abertura de alimentación 62, en la cual desemboca la canal 54. En la abertura de salida 63 del otro extremo del tambor 55 se halla el casquete colector 64, al cual están conectadas la tubería de aire 65 y la tubería 66 para el producto.

5. Para reducir al mínimo el escape de polvo que pasa al aire en el extremo del tambor, se ha dispuesto una empaquetadura 66a entre el tambor y el casquete, la cual obtura el tambor en forma prácticamente hermética con escasa fricción.

Varios anillos 67, que si se desea pueden estar formados como ruedas dentadas, se hallan montados en la periferia del tambor 55. Cada uno de estos anillos corre sobre un par de rodillos o piñones 68. Los rodillos están montados sobre árboles 69 apoyados en cojinetes 70 sujetos al bastidor 71. Este bastidor está asegurado en forma virable por un extremo, en 72, mientras por el otro extremo está unido con un gato 73 por medio del cual se puede graduar la inclinación del eje del tambor según el tiempo que hayan de permanecer en el tambor las partículas.

En el bastidor se halla además el motor de accionamiento 74 y el engranaje 75, variador del número de revoluciones, con el piñón 76. Este piñón mueve una cadena 77 y una rueda de cadena montada en uno de los árboles 69. Si se desea puede accionarse también el otro árbol por medio de transmisión de cadena tomada del árbol 69.

De preferencia, la superficie interna del tambor se halla provista en su mayor parte con tabiques 79, como muestra la figura 3. Es recomendable proveer el extremo interno de cada tabique con un apéndice 80 dirigido en el sentido del movimiento del tambor, para que el material quede retenido en parte considerable hasta que el tabique se halle cerca del punto

245476



.11.

máximo. De esta manera se logra hacer algo más regular el grado de mezcla.

5. En el depósito 81 se halla agua que ha de introducirse en el tambor. El depósito está provisto de una tubería 82 que conduce a la bomba 83. La bomba traslada el agua por la tubería 84 a uno o más reguladores de circulación 85. Cada regulador está unido, en caso que se desee con ayuda de una válvula, por la tubería 86 a una tobera 87 del tambor 55, la cual tobera nebuliza la corriente de líquido o la pulveriza en gotitas finas.

10. Otro depósito 88 está unido por medio de la tubería 89, la bomba 90 y la tubería 91 al regulador de corriente 92, el cual a su vez comunica por la tubería 93 con la tobera 94 situada en el interior del tambor 55. Puede disponerse la cantidad que se quiera de depósitos para ingredientes flúidos que deban introducirse en el tambor. En ciertos casos pueden disolverse, emulsionarse y/o suspenderse ingredientes en el agua del depósito 81. También el perfume puede agregarse al depósito 81 en lugar del depósito 88.

20. El producto que sale del casquete 64 por la tubería 66 se tamiza en un cedazo 95, con lo cual las partículas del tamaño deseado llegan a la instalación envasadora (no representada) por la tubería 96, mientras que las partículas más finas, por la tubería 97, y el residuo, por la tubería 98,

25. van a parar a la instalación transportadora neumática 99 y el colector de polvo 100, cuyo conducto de aire 101 está conectado a la instalación de vacío. El producto recogido en el ciclón 100 puede conducirse a la mezcladora 58 por medio del transportador 102. Uno o más embudos o recipientes adicionales

30. 103 pueden estar también unidos con el transportador 102, para



245476

21

contener otras materias que convenga alimentar a la mezcladora 58. En caso en que se desee o resulte necesario, los residuos o remanentes groseros que salen del cedazo pueden desmenuzarse antes de devolverlos al sistema.

- 5. El ejemplo 1 muestra como puede emplearse el procedimiento descrito por este invento, mediante la instalación representada en el dibujo, para preparar una mezcla de detergente que contiene aproximadamente 35% de detergente orgánico, 40% de tripolifosfato de sosa, 3% de silicato de sosa, 11% de humedad, pequeñas cantidades de carboximetilcelulosa, un colorante fluorescente, agentes para impedir el empañamiento o enturbiamiento, perfume y un resto de sulfato de sosa.

10.

E J E M P L O 1.

- 15. Se introducen en el tambor 55 por el conducto alimentador 51 y pasando por el dosificador 52, con una velocidad de 465 kg/h aproximadamente, partículas de detergente orgánico secadas por pulverización, de una densidad aparente de 0.23 aproximadamente y cuyo análisis revela más o menos 68% de componente activo (sal sódica de un hidrocarburo benzoico alquilado y sulfonado con un radical alquilo de 12 átomos de carbono aproximadamente), 18% de sulfato sódico, 6% de silicato sódico (relación  $Na_2O/SiO_2$ , alrededor de 1/3.3) y 8% de humedad.

20.

- 25. Al mismo tiempo que las partículas de detergente se entrega a la instalación transportadora 53, desde el depósito 56 y por el dispositivo alimentador 51, tripolifosfato sódico anhidro en una cantidad de 362.5 kg/h. Simultáneamente se mezclan en la mezcladora 58 unos 72.5 kg por hora de material detergente orgánico procedente del cedazo 95 o de otra fuente, con tamaño variable de las partículas, junto con unos 16.8 kg/h de otros ingredientes, como carboximetilcelulosa, colorantes fluo-

30.



245476

- rescentes y agentes para impedir el enturbiamiento u oxidación por metales, y se introduce el todo en el depósito 59. Es ventajoso que estos ingredientes introducidos en cantidades secundarias sean mezclados de esta manera con diluentes, pues así se
5. logra una distribución más uniforme en el producto final. La instalación dosificadora 60 traslada esta mezcla a la instalación transportadora 53, a una velocidad de 99 kg/h aproximadamente.
10. Desde el depósito 81 y pasando por el regulador de circulación 85 con una velocidad total de unos 62 kg/h se conduce a las toberas 87 agua que se halle más o menos a la temperatura ambiente (20°C), al mismo tiempo que desde el depósito 88 se lleva a la tobera 94 por medio de la bomba 90 perfume en cantidad de 1.359 kg/h aproximadamente.
15. En el tambor 55, que tiene un diámetro de unos 90 cm por una longitud de 2.7 m aproximadamente, es accionado con una velocidad periférica de alrededor de 1.2 m/seg, estando el eje de rotación prácticamente horizontal. En las cercanías de la entrada 62 no se halla ninguna ala, de modo que un rastrillo
20. pueda llevarse todo el material acumulado en la entrada. Las alas 79 se extienden por todo el resto de la pared interna del tambor. Las partículas son trasladadas hacia la salida del tambor con una velocidad tal que permanezcan en él unos 3 minutos. En el tambor no se presenta ninguna pérdida notable de humedad.
25. El producto que sale del tambor pasa por un cedazo o tamiz. Se obtienen aproximadamente 906 kg de detergente mezclado por hora, con un tamaño favorable de las partículas. La densidad aparente es de cosa de 0.35, el producto fluye bien, no desprende polvo, es resistente al desmenuzamiento durante la manipulación y el transporte y tiene un aspecto blanco de nieve.
- 30.

245476



Los componentes finos y las partes groseras que se separan de aquéllas que tienen el tamaño de partícula deseado presentan un contenido de fosfato algo mayor, y las partes groseras un contenido de humedad algo mayor, que el producto de tamaño de partícula deseado. Por este motivo es ventajoso volver estas partes a que repitan el tratamiento.

5.

E J E M P L O 2.

Se preparan por medio de la pulverización partículas de detergente que contienen un 68% del mismo detergente sintético que en el Ejemplo 1, un 7.0% de humedad, un 6% de silicato sódico, pequeñas cantidades de carboximetilcelulosa, un colorante fluorescente, agentes contra la contaminación por los metales y un resto compuesto en su mayor parte de sulfato sódico. Este producto presenta una densidad de 0.17 y el siguiente análisis promedio de tamizado:

10.

15.

Porcentaje		Mallas de tamiz por cm corriente
0	queda retenido	4
0.5	" "	8
18	" "	15
40	" "	24
30	" "	40
11.5	pasa a través	40

Estas partículas se introducen por el extremo de un tambor en una cantidad de unos 59.7 kg/h, y al mismo tiempo se alimenta a ese tambor una cantidad de 45.3 kg/h de polvo de tripolifosfato sódico. Simultáneamente se pulveriza dentro del tambor, a proximidad de la admisión, por medio de una tobera rociadora, agua en gotitas finas, en cantidad de unos 9.06 kg/h. El tambor tiene un diámetro de 56 cm y una longitud de

20.

245476

21



.15.

- 84 cm. La mitad del tambor donde se halla el extremo de admisión no presenta ninguna ala, y se ha dispuesto un rastrillo para evitar la acumulación del producto en la pared. La mitad del tambor perteneciente al extremo de salida tiene distribuidos sobre la periferia de la pared interna ocho juegos de alas de 14 cm de anchura radial. Cada chapa presenta un apéndice doblado en un ángulo de  $135^{\circ}$  aproximadamente, como puede verse en la figura 3. El tambor gira a una velocidad periférica de 105 cm/min aproximadamente. El eje de rotación y las alas están graduados de tal modo que el material permanezca cosa de 4.5 minutos en el tambor. Del material que sale del tambor se van tomando durante muchas horas gran número de muestras para análisis químico y físico. Las diversas muestras revelan uniformidad satisfactoria en cuanto respecta a composición, densidad y tamaño de las partículas. La densidad importa por término medio alrededor de 0.28 y el análisis promedio de tamizado comprueba que queda retenido un 1% en el tamiz de 4 mallas, un 8% en el tamiz de 8, un 43% en el tamiz de 15, un 27% en el tamiz de 24, un 10% en el tamiz de 34, un 4% en el tamiz de 40 mallas por cm corriente, mientras que un 7% pasa por el tamiz de 40 mallas por cm corriente. El análisis röntgenológico demuestra que el producto contiene tripolifosfato sódico.

### E J E M P L O 3.

- Partículas de detergente preparadas como en el Ejemplo 2 se mezclan en un tambor con una mezcla de fosfatos, en cantidades tales que se obtenga un producto con 35% de detergente orgánico y 36% de fosfatos totales. La mezcla de fosfato contiene en peso 2 partes de polvo de tripolifosfato sódico anhidro, 1 parte de polvo tetrapirofosfato sódico anhidro y 1 parte de polvo de dodecahidrato de triortofosfato sódico.

245476

21 NO



.16.

- Se pulveriza en el tambor agua en cantidades variables, de 5, 10, 15 y 20 porcentajes en peso, por ejemplo, de los ingredientes en polvo, y se obtiene en cada caso un producto de propiedades físicas satisfactorias. Dos muestras de cada uno de
5. los productos preparados con diferente contenido de agua se sometieron a una prueba acelerada en una estufa higrométrica para comprobar la aglutinación, y demostraron no formar grumos.

E J E M P L O 4.

- Partículas de detergente preparadas mediante secado por pulverización como en el Ejemplo 2 se mezclaron en un tambor con polvo de tetrapirofosfato sódico anhidro en proporción tal que se formara un producto conteniendo 35% de componente activo y 40% de pirofosfato. En el interior del tambor se pulverizaron cantidades variables de agua, por ejemplo 5, 10, 15
15. y 20 porcentajes en peso con relación a los ingredientes en polvo. En todos los casos el producto mostró propiedades físicas satisfactorias y las muestras que se sometieron al ensayo de aglutinación presentaron tendencia muy débil a la formación de grumos cuando se agregó 5 y 20% de humedad, y ninguna tendencia a la formación de grumos cuando se agregó 10 y 15%.
- 20.

En comparación con un producto obtenido por medio del secado por pulverización, pero que en todo lo demás tiene la misma composición, el producto preparado por el procedimiento que se ha descrito presenta diversas ventajas.

25. 1. Tiene un aspecto notablemente más blanco.
2. La proporción de material fino es considerablemente menor que en los productos obtenidos mediante el secado por pulverización.
3. Se disuelve más rápidamente que un producto obtenido mediante el secado por pulverización y proporciona solu-
- 30.

245478



ciones más bien límpidas que turbias.

4. Al cabo de varios días de prueba de aglutinación acelerada en una estufa higrométrica no se aglomera en absoluto, mientras que un producto obtenido mediante el secado por pulverización se aglomera más o menos, en las mismas circunstancias.

5.

5. La absorción de humedad durante la prueba de aglutinación es, como se desprende de los ensayos que siguen, muy escasa.

% de absorción de humedad en la prueba de aglutinación

	Producto A	Producto B	Producto C
Ensayo 1	1.7	11.0	8.2
" 2	1.7	7.6	5.6
" 3	1.5	7.6	5.6
" 4	0.5	7.0	4.7
" 5	2.3	9.2	5.5

10. Producto A: Preparado según el Ejemplo 2.

Producto B: Preparado por medio del secado por pulverización.

Producto C: Detergente de alta calidad obtenible en el comercio.

15. 6. No se presenta ninguna descomposición ni reconversión del tripolifosfato en fosfatos menos condensados, mientras que con el secado por pulverización la descomposición puede alcanzar al 50% y más.

Los modos operatorios que se han descrito pueden, como es natural, modificarse en diversos sentidos. En particular merecen mención las siguientes variables:

20.

245476



1. El contenido de humedad de las partículas del detergente orgánico. En general conviene mantener el contenido de humedad en la zona de 4 a 11%; sin embargo, son tolerables cifras mayores y menores.
5. 2. La humedad agregada en el tambor. Esta influye el contenido de partículas más finas y más groseras del producto que sale del tambor. A medida que aumenta la adición de humedad de 2 a 20%, disminuye la proporción de partículas más finas y aumenta la de partículas más groseras; el punto óptimo se halla
10. en la zona de 6 a 10% para el tripolifosfato sódico en mezclas con un contenido promedio de fosfato de un 40%. Con otras proporciones y substancias auxiliares el punto óptimo puede variar un poco. Existe también una relación recíproca determinada entre la cantidad de agua agregada y la absorción de agua durante la
15. prueba de aglutinación, según la cual la absorción de agua es menor y en ciertos casos puede despreciarse si se introduce en el tambor humedad suficiente por lo menos para hidratar el fosfato prácticamente por completo. Como sea que entre la absorción de humedad y la aglutinación puede existir igualmente una
20. relación recíproca, se prefiere emplear agua suficiente para formar el hexahidrato del tripolifosfato sódico. Sin embargo en ciertos casos puede reportar también ventajas el que se empleen cantidades de agua menores o mayores. La tabla que se da a continuación contiene los resultados de los ensayos de
25. una serie de muestras de productos preparados según el procedimiento a que se refiere el invento con proporciones variables de detergente orgánico, tripolifosfato sódico y agua:

245476



Ensayo núm.	Composición			Análisis de tamizado		Prueba de aglutinación		Investigación con los Rayos X	
	Detergente orgánico (a) partes	Tripoli-fosfato partes	H <sub>2</sub> O partes	a 4%	a 40%	Factor (c)	Absorción H <sub>2</sub> O %	Tripoli-fosfato hidratado existente	Tripoli-fosfato no hidratado existente
1	20	80	15	22.3	1	0	5.5	X	X
2	30	70	5	10.1	21.2	1	7.4	X	X
3	30	70	10	18.2	5.0	0	6.4	X	X
4	60	40	10	1.9	3.7	0	6.8	X	X
5	80	20	10	2.7	4.5	4	4.5	X	X
6	45	45	5	1.7	34.1	7.5	11.0	X	X
7	45	45	10	3.8	13.2	2.3	1.0	X	X
8	45	45	15	5.1	5.6	3.3	2.0	X	X
9	40	40(b)	5	4.1	18.3	7	1.5	X	X
10	40	40(b)	10	3.0	14.0	1.1	3.0	X	X
11	40	40(b)	15	6.1	3.2	0	0	X	X
12	40	40(b)	20	5.3	1.7	0	-1.9	X	X

245476 21



- 5. (a) Partículas del detergente orgánico. En los ensayos 1 a 5 se empleó el mismo alquilbenzolsulfonato que en el Ejemplo 1, y en los ensayos 6 a 12 la sal sódica del éster sulfúrico de monoglicérido de ácido graso de aceite de coco.
- (b) En estos ensayos se agregaron, junto con el tripolifosfato, 10 partes de sulfato sódico.
- (c) El factor de grumosidad es una medida arbitraria en la cual 0 significa que no hay formación de grumos y 10 una intensa formación de grumos. Los productos obtenibles en el comercio, que en este aspecto todavía son aceptables, presentan factores de grumosidad hasta 4.

15. El grado de dispersión del agua agregada influye igualmente en el producto. Las gotitas grandes ocasionan la formación de residuos más groseros. Por este motivo lo mejor es preparar una dispersión fina o una niebla empleando toberas de pulverización por aire o toberas nebulizadoras.

20. En ciertos casos la densidad del producto varía un poco según la cantidad de agua agregada, pero en general la densidad final depende más bien de la densidad de las partículas obtenidas mediante el secado por pulverización y de las condiciones de mezcla en el tambor.

25. 3. El tamaño de las partículas del detergente orgánico. En general se logran buenos resultados si las partículas acabadas del detergente mezclado pasan por un tamiz de 4 mallas por cm corriente, pero pasan poco (por ejemplo un 10% o menos) por un tamiz de 40 mallas por cm corriente. Los ensayos han demostrado que si las partículas de detergente orgánico que entran en el tambor contienen un 30%, por ejemplo

30. de materia fina que pasa por un tamiz de 40 mallas por cm

245478



corriente, lo cual debe considerarse en general como desfavorable, el producto acabado que sale del tambor, siempre que existan en éste las condiciones apropiadas de humedad, contiene un 10% o menos de esta materia fina.

- 5. 4. La densidad de las partículas del detergente orgánico. Si las partículas se preparan por secado por pulverización en condiciones en que se formen proporciones considerables de partículas esféricas, se origina un aumento acentuado de la densidad del producto acabado en comparación con el material de salida que se obtiene mediante el secado por llovizna. El grado de aumento depende de muchos factores, como son la densidad primitiva del material secado por pulverización, la cantidad de agua introducida en el tambor (véase 2), la altura media de caída, variando la densidad con la altura y las proporciones
- 10. relativas de partículas de detergente orgánico y substancia auxiliar que se alimentan al tambor, en el sentido de aumentar a medida que aumentan las cantidades de substancias auxiliares. Si las partículas del detergente orgánico han sido obtenidas moliendo fragmentos sólidos grandes, el tratamiento ocasiona
- 15. poca alteración de la densidad; sin embargo, en ciertos casos se puede modificar ligeramente la densidad aireando la mezcla de detergente antes de la solidificación.
- 20.

- 5. Tiempo de permanencia en el tambor. Está determinado por factores como son el diámetro y la longitud del tambor,
- 25. la inclinación del eje de rotación respecto a la horizontal, la velocidad de giro, la clase de las alas y su disposición y la cantidad de producto que se halla en el tambor. En general se obtienen buenos resultados con una relación de 8:1 entre la longitud y el diámetro del tambor. Una permanencia de 3 minutos
- 30. aproximadamente basta de ordinario para aglomerar toda la subs-

245476

21 N



- tancia auxiliar formadora de hidrato sobre las partículas de detergente y lograr un rendimiento óptimo de producto dentro de la gama de tamaños de partícula deseados, en relación con las materias finas y los residuos groseros; pero tambien se
5. puede trabajar con tiempos de permanencia más breves o más prolongados. En general, con tiempos breves la proporción de materias finas es mayor, y con tiempos prolongados se obtiene mayor proporción de residuos groseros.
  10. 6. La velocidad de giro. Esta depende del diámetro del tambor y de la velocidad periférica que se desee, la cual es, por lo general, de 60 a 180 cm por segundo.
  15. 7. Altura de caída. Depende del diámetro del tambor y de la conformación de las alas. Se pueden obtener resultados satisfactorios con diámetros de tambor muy diferentes por ejemplo de 30 hasta unos 180 cm. El empleo de alas para retener una parte considerable del material hasta que éste llegue cerca del punto alto del tambor, resulta ventajoso para influir un poco sobre la altura de caída y obtener un producto uniforme en condiciones constantes de trabajo.
  20. 8. El lugar en donde se agregan las substancias auxiliares. Mientras que todas las substancias auxiliares que son inestables al calor y/o la humedad se agregan de preferencia en el tambor giratorio a las partículas preformadas de detergente, de modo que constituyan una parte del recubrimiento, se
  25. las puede agregar también, en todo o en parte, al detergente orgánico antes de que éste haya sido transformado en partículas sólidas, si el volumen de la disgregación puede ser tolerado en las condiciones en que se trabaje. De la misma manera pueden introducirse en el tambor substancias auxiliares que sean
  30. estables al calor y/o la humedad, sea en forma de partículas

245476



.23.

- sólidas, sea en estado de fusión o dilución, por ejemplo en agua o en perfume, aunque en general es más conveniente agregar estas materias al detergente antes de formarlas en partículas. Cuando se emplean conjuntamente sustancias auxiliares o adicionales, en forma de partículas, que no se aglomeran en las condiciones imperantes en el tambor, es importante agregar igualmente suficiente sustancia auxiliar que se aglomere, para asegurar la formación de un recubrimiento sobre los núcleos de detergente orgánico que luego adhiere los otros materiales.
- 5.
10. 9. La composición del material de partida. El procedimiento a que se refiere el invento puede realizarse con una gran variedad de detergentes orgánicos y materias auxiliares.
15. a) El componente activo de las partículas de detergente puede ser cualquier detergente orgánico, sólido a la temperatura normal o que se pueda solidificar por la mezcla de uno o varios aditivos. Productos de esta clase son los jabones y todos los tipos de detergentes sintéticos, así como mezclas compatibles de los mismos. Los detergentes orgánicos preferidos poseen un radical alquilo con 8 a 18 átomos de carbono por molécula. El invento que presentamos se presta especialmente para preparar mezclas de sustancias auxiliares con detergentes sintéticos anionactivos que son sales hidrosolubles de derivados sulfúricos de combinaciones orgánicas con un radical alquilo como el que se ha mencionado.
- 20.
25. b) La materia auxiliar puede ser cualquier sustancia que refuerce la acción detergente y sea apto para aglomerarse sobre las partículas de detergente formando un recubrimiento mientras se mezclan los componentes, además de quedar adherido de ese modo en las condiciones normales de tratamiento y almacenaje. Las sustancias auxiliares preferidas son sales alcalinas, especialmente sódicas y potásicas, de los ácidos fosfóricos.
- 30.

245476



Por el procedimiento a que se refiere el invento pueden prepararse muy ventajosamente mezclas de detergentes sintéticos anion-activos con tripolifosfato de sosa. También pueden agregarse a las mezclas otros aditivos que por sí solos no se aglomeran fácilmente a las partículas de detergente en las condiciones de trabajo, ya que estas substancias aditivas se aglomeran a los otros materiales. Pueden emplearse también dos o más substancias auxiliares aglomerantes, por ejemplo tripolifosfato sódico, tetrapirofosfato sódico, triortofosfato sódico, tripolifosfato potásico, etc.

c) El componente activo puede emplearse con cantidades intensamente variables de la substancia auxiliar fosfática. La tabla que se da a continuación indica algunas relaciones de cantidad que dan buenos resultados:

Partes de partículas de detergente orgánico (+)	Partes de tripolifosfato sódico anhidro	Partes de agua
20	80	15 - 20
30	70	10 - 20
40	60	5 - 20
50	50	5 - 20
60	40	5 - 20
70	30	5 - 15
80	20	5 - 15
90	10	5 - 15

15. (+) Igual que en el Ejemplo 1.

A medida que aumenta el contenido de tripolifosfato, aumenta igualmente la cantidad mínima de agua que es necesaria para disminuir la proporción de materias finas del producto. Con



la cantidad apropiada de agua puede prepararse un producto satisfactorio en toda la escala indicada.

5. En otra serie de ensayos que se realizaron con una cantidad constante de tripolifosfato y cantidades variables de detergente orgánico (RM), siendo el resto sulfato sódico en su mayor parte, se obtuvieron productos satisfactorios en toda la escala indicada en la tabla que se da a continuación agregando a la mezcla 10 a 15% de agua.

Componente activo	Tripolifosfato sódico	Relación RM/tripol. sódico
40	40	1:1
33	40	1:1.2
27	40	1:1.5
20	40	1:2
13	40	1:3
10	40	1:4
8	40	1:5
6.7	40	6:6

10. La invención, dentro de su esencialidad, puede ser desarrollada en otras formas de realización que difieran en detalle de la indicada a título de ejemplo, a las cuales alcanzará igualmente la protección que se recaba. Podrá, pues, realizarse con los medios y aparatos más adecuados, por quedar todo ello comprendido dentro del espíritu de las reivindicaciones.
- 15.

245476



N O T A

Descrito el invento, se declara no divulgado ni practicado en España, lo comprendido en las siguientes reivindicaciones:

5. 1. Procedimiento para preparar composiciones de detergentes que además de un detergente orgánico sólido contienen por lo menos una substancia auxiliar que refuerza la acción de aquél, en forma de partículas, el cual se caracteriza por entremezclar íntimamente la substancia auxiliar sólida en forma finamente dividida, en presencia de humedad, con partículas del detergente orgánico sólido, de manera tal que la substancia auxiliar se aglomere en la superficie de las partículas de detergente.
10. 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de emplear en calidad de substancia auxiliar un fosfato hidrosoluble.
15. 3. Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado por el hecho de mezclar las partículas de detergente con un fosfato formador de hidratos, prácticamente anhidro y en forma finamente dividida, en una mezcladora de tambor y al mismo tiempo hidratar el fosfato, al menos parcialmente, por humectación.
20. 4. Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado por el hecho de introducir las partículas de detergente y el fosfato por un extremo de un tambor giratorio y además aportar a éste tanta humedad, que la mayor parte por lo menos
25. de la mencionada substancia auxiliar quede hidratada, después

245476

21 N



.27.

- de lo cual se extrae del tambor, por el otro extremo, la mezcla acabada, en forma de partículas.
5. Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado por el hecho de alimentar una mezcladora de tambor con partículas sólidas de detergente y tripolifosfato alcalino finamente dividido, agregar a la masa tanta humedad que el tripolifosfato se aglomere en la superficie de las partículas de detergente y extraer del tambor las partículas recubiertas con el tripolifosfato.
10. 6. Procedimiento según la reivindicación 5, caracterizado por el hecho de emplear tripolifosfato sódico dividido finamente y prácticamente anhidro y humectar la mezcla de forma que la mayor parte, por lo menos, del tripolifosfato quede hidratada.
15. 7. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por mezclar un detergente orgánico con una substancia auxiliar resistente al calor y tanta agua que se obtenga una mezcla apta para secarla por pulverización, por transformar esta mezcla, mediante secado por pulverización, en partículas sólidas, por mezclar estas partículas con una substancia auxiliar inestable al calor y finamente dividida y por humectar y agitar la mezcla de manera que la mayor parte, por lo menos, de la substancia auxiliar inestable se aglomere sobre las partículas de detergente.
20. 8. Procedimiento según la reivindicación 7, caracterizado por el hecho de emplear en calidad de detergente un jabón a base de ácido graso.
25. 9. Procedimiento según la reivindicación 7, caracterizado por el hecho de emplear en calidad de detergente un derivado sulfúrico anionactivo e hidrosoluble de una combinación
- 30.

245476

21 NO



.28.

orgánica con un radical alquilo provisto de 8 a 18 átomos de carbono.

5. 10. Procedimiento según la reivindicación 7, caracterizado por el hecho de emplear en calidad de substancia auxiliar inestable al calor un polifosfato hidrosoluble.
11. Procedimiento según la reivindicación 7, caracterizado por el hecho de emplear en calidad de substancia auxiliar inestable al calor una persal.
10. 12. Procedimiento según la reivindicación 7, caracterizado por el hecho de emplear en calidad de detergente orgánico la sal sódica de un alquilbenzol sulfonado y en calidad de substancia auxiliar inestable al calor tripolifosfato sódico.
15. 13. Procedimiento según la reivindicación 12, caracterizado por el hecho de emplear en calidad de substancia auxiliar estable al calor sulfato sódico y silicato sódico.
14. Procedimiento según la reivindicación 12, caracterizado por el hecho de que durante la hidratación del tripolifosfato se agregan carboximetilcelulosa, un colorante fluorescente y por lo menos otra substancia auxiliar orgánica.
20. 15. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de recubrir con hexahidrato de tripolifosfato sódico un detergente orgánico secado por pulverización.
25. 16. Aparato para la preparación de composiciones de detergentes, para la realización del procedimiento en conformidad con las reivindicaciones 1 a 15, caracterizado por una instalación mezcladora que gira en torno a un eje aproximadamente horizontal, por medios para la aportación de partículas de detergente orgánico y substancia auxiliar sólida finamente dividida en relación predeterminada a la instalación mezcladora,
30. por medios para introducir humedad en la instalación mezclado-

245476

21 N



.29.

ra y por medios para extraer de ésta las partículas de detergente recubiertas con la substancia auxiliar.

5. 17. Aparato según la reivindicación 16, caracterizado por el hecho de hallarse provisto además de una torre de pulverización por llovizna para la preparación de partículas secas de detergente.

18. Aparato según la reivindicación 16, caracterizado por el hecho de que la instalación mezcladora consiste en un tambor.

10. 19. Aparato según la reivindicación 18, caracterizado por el hecho de que la inclinación del eje del tambor es graduable.

15. 20. Aparato según la reivindicación 16, caracterizado por el hecho de contener medios para aportar perfume a la instalación mezcladora.

21. Aparato según la reivindicación 20, caracterizado por el hecho de presentar además medios para aportar a la instalación mezcladora otras materias sólidas finamente divididas.

20. 22. Aparato según la reivindicación 16, caracterizado por el hecho de que el accionamiento de la instalación mezcladora presenta medios para variar la velocidad.

25. 23. Aparato según la reivindicación 16, caracterizado por el hecho de que a la salida de la instalación mezcladora se halla dispuesto un tamiz que separa las porciones más groseras y las más finas.

24. Procedimiento, y aparato correspondiente, para la preparación de composiciones de detergentes.

30. Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva, que consta de treinta hojas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras, acompañadas de una lámi-

245476



na de dibujos y de la documentación correspondiente,

Madrid, a 21 de Noviembre de 1.958.

COMERCIAL HENKEL, S.A.

p. a.

MANUEL MIRALLES

tr:sb  
.m.m.

21 NO



Fig. 1

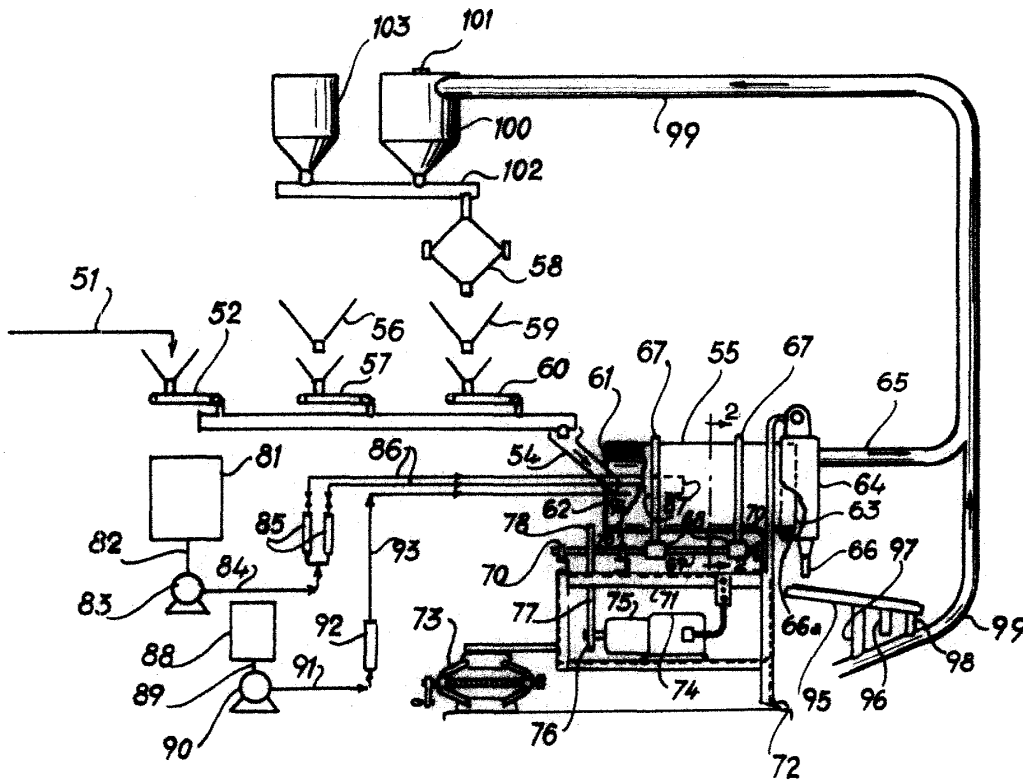
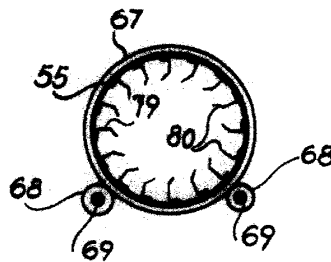


Fig. 2



Madrid, 21 Noviembre 1958  
pp Jaime Iserr