

P - 24.656

Nº 61.677 U.S. Serial Nº.
200.325 - Case M. 1041

2 OCT. 1963



288157

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud

d e

PATENTE D E INVENCION

formulada el 18 de Mayo de 1.963, con el Número 288.157

e n

E S P A Ñ A

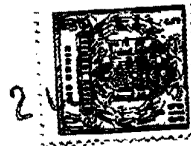
por VEINTE años

a nombre de MONSANTO CHEMICAL COMPANY, entidad norteamericana, establecida en 800 North Lindbergh Boulevard, St. Louis, Missouri, Estados Unidos de América, por:

"PROCEDIMIENTO PARA FABRICAR UN PREPARADO DETERGENTE"

5 Esta invención se refiere a nuevos método para fabricar composiciones detergentes que contienen polifosfatos hidratados de metales alcalinos. Esta invención se refiere más específicamente, a nuevos procedimientos en los que se pueden fabricar composiciones detergentes de baja densidad aparente que contienen por lo menos un polifosfato hidratado, sin secarlos por pulverización.

10 La presente invención proporcionar un procedimiento para fabricar una composición detergente, que comprende mantener una dispersión, que tiene una fase acuosa líquida continua y una fase dispersada que comprende un material que reacciona con agua para producir un hidra-



to polifosfato de metal alcalino soluble en agua a una temperatura por debajo de unos 135°C, para permitir la reacción de dicho material con el agua en dicha fase acuosa; formar por lo menos una parte de dicha dispersión en espuma; y mientras dicha parte está en un estado espumoso efectuar una proporción sustancial de dicha reacción y - eliminar de dicha fase acuosa continua suficiente cantidad de agua libre, formándose así un producto poroso y sólido que contiene dicho hidrato de polifosfato de metal alcalino.

Hasta ahora, se creía necesario que cuando un fabricante de detergentes tenía que fabricar una composición detergente con una densidad aparente relativamente baja (es decir inferior a 0,8 aproximadamente), tenía que utilizar primas de densidad muy ligera o bien - la operación de proceso conocida como secado por pulverización, en por lo menos una etapa de su proceso total de fabricación del detergente. Sin embargo, la operación de secado por pulverización es relativamente cara y necesita, en primer lugar, una considerable inversión de capital en el equipo de secado por pulverización (incluyendo por ejemplo artículos tales como bombas de alta presión, una "torre" pulverizadora muy grande, y utillaje especial para el calentamiento y para el control de la circulación del aire por la "torre"). Además, el coste real del calor necesario para las operaciones de secado por pulverización (para evaporar agua de las suspensiones de detergentes) es elevado en comparación con el coste total de las materias primas del producto detergente final de densidad aparente relativamente baja. Como resultado del alto coste del secado por pulverización, muchos de los fabricantes de detergentes menos importantes, no se han podido permitir el secar sus productos detergentes por pulverización, habiendo quedado colocados, por tanto, en una posición de competencia desventajosa, porque muchos consumidores de productos detergentes prefieren utilizar los productos más ligeros (densidad aparente más

288157



baja).

El polifosfato que se prefiere utilizar actualmente en la mayor parte de las composiciones detergentes, es un tripolifosfato; especialmente el tripolifosfato sódico. Sin embargo, los tripolifosfatos poseen un defecto decisivo que actualmente puede ser superado (en la práctica usual de la fabricación de detergentes) cuando más sólo parcialmente, y hasta este punto solamente, ejerciendo precauciones muy estrictas durante las etapas usuales de elaboración de detergentes. Este defecto es el resultado de la -

10 susceptibilidad del tripolifosfato a la degradación hidrolítica. Así, durante el tiempo en que una suspensión está siendo formulada y por último secada por pulverización, una proporción importante del tripolifosfato se hidroliza generalmente a ortofosfatos y pirofosfatos, los del tripolifosfato se hidroliza generalmente a ortofosfatos y pirofosfatos, los cuales están lejos de ser tan eficaces (como secuentradores) para la "formación" de productos deter-

15 gentes como lo es el tripolifosfato y, por lo tanto, generalmente distan mucho de ser tan convenientes como el tripolifosfato para los productos detergentes finales.

20 Además, se prefiere de ordinario que antes de secar por pulverización una suspensión de detergente se hidrate, generalmente, por lo menos la mayor parte del tripolifosfato sódico contenido en ella. Sin embargo, cuando se seca por pulverización una suspensión que contiene tripolifosfato hidratado, una proporción sustancial del

25 hidrato de tripolifosfato se degrada (es de presumir que debido a las elevadas temperaturas a que debe someterse la suspensión a fin de secarla eficazmente por pulverización) para dar productos de composición ácidos que tampoco son tan convenientes para los productos detergentes finales como el hidrato del tripolifosfato.

30 Por consiguiente, un objeto principal de la presente invención

288157



es proporcionar procedimientos mediante los cuales se pueden fabricar composiciones detergentes que contengan polifosfatos hidratados de metales alcalinos y que tengan densidades aparentes relativamente bajas, sin necesidad de secar por pulverización.

Otro objeto de esta invención es proporcionar procedimientos mediante los cuales se puedan fabricar composiciones detergentes que tengan densidades aparentes relativamente bajas y que contengan tripolifosfatos hidratados de metales alcalinos, especialmente hexahidrato de tripolifosfato sódico, sin exponer las sales hidratadas a una temperatura de degradación excesivamente elevadas.

Todavía otro objeto de la presente invención es proporcionar procedimientos mediante los cuales se puedan preparar composiciones detergentes que tengan propiedades físicas ampliamente variadas (incluyendo los que tienen densidad aparente ampliamente variada, especialmente sólidos y sólidos formados que contienen una estructura celular, así como sólidos formados que contienen sólidos en partículas comprimidos), utilizando prácticamente el mismo equipo de elaboración básico para cada tipo de composición.

Los objetos arriba indicados, así como objetos de la invención que se harán evidentes de la exposición siguiente, se pueden conseguir de acuerdo con esta invención, utilizando condiciones de proceso y materias primas seleccionadas que darán como resultado (a) la formación de una espuma en una suspensión de detergente, (b) la hidratación de una proporción sustancial de una sal apropiada de polifosfato de metal alcalino mientras la suspensión está en estado espumoso, y (c) eliminar suficiente cantidad de agua de la suspensión mientras está en estado espumoso para formar así un producto poroso y sólido (algunas veces en partículas).

Los procedimientos para preparar composiciones detergentes -

288157



2 UC

de poca densidad (bajo peso a granel) de acuerdo con la presente invención, requieren que se utilice una "suspensión" para conseguir varias ventajas específicas que incluyen principalmente la consecución de una mayor uniformidad de los ingredientes en los productos detergentes finales.

Las "suspensiones" de detergentes son bien conocidas en la técnica y no necesitan ser detalladas aquí, a excepción de señalar que las que pueden ser utilizadas en los procedimientos de esta invención, deben contener por lo menos suficiente cantidad de agua - aproximadamente para hidratar todo el polifosfato de metal alcalino en las composiciones detergentes finales que pueden fabricarse a partir de ellas, y también por lo menos suficiente agua para comunicar inicialmente propiedades flúidas a la suspensión. Así, las suspensiones utilizables deben contener generalmente por lo menos un 10% en peso aproximadamente de agua, basado en el peso total de la suspensión completamente formulada. Para algunas de las realizaciones preferidas de esta invención, se prefiere que las suspensiones contengan inicialmente por lo menos un 25% en peso aproximadamente de agua. Como en la mayor parte de los procedimientos de esta invención será necesario evaporar por lo menos parte de este - - agua que está presente en las suspensiones (especialmente aquella - cantidad que está en exceso de la cantidad que puede ser utilizada para hidratar la sal polifosfato), algunos de los beneficios que pueden resultar para los que practican la invención serán más evidentes cuando se utilicen suspensiones que contienen a lo sumo un 50% en peso aproximadamente de agua.

Por ejemplo, se ha descubierto inesperadamente que cuando se hace que tenga lugar la hidratación de una de las sales polifosfato apropiadas (las cuales serán descritas con detalle subsiguientemente) durante el tiempo en el que una de las suspensiones preceden

288157

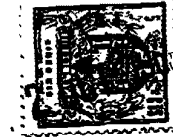


2

tes está en un estado "espumoso", de manera que se elimina de la suspensión suficiente cantidad de agua "libre" para dar como resultado un espesamiento y "endurecimiento" (solidificación) final de la suspensión, resultan de ello productos en partículas y/o -
5 formados o moldeados, que tienen densidades aparentes inesperadamente bajas. El término agua "libre" se propone abarcar aquí el agua que estaba inicialmente en la suspensión y que está presente en la composición particular a que se hace referencia, en un estado no combinado (es decir no presente como hidrato de cualquiera
10 de las sales de la composición) y no evaporado. Debe advertirse - que el uso del término agua "libre" con referencia a una composición dada en cualquier momento dado, no implica necesariamente que la composición a que se hecho referencia esté en un estado líquido o incluso en un estado semifluido, ya que muchas composiciones de
15 detergentes aparentemente sólidas pueden contener hasta un 10% o más de agua "libre" sin que pierdan sustancialmente todas sus propiedades de sólido.

Es una ventaja de la presente invención el hecho de que prácticamente cualquier sal polifosfato de metal alcalino "hidratable"
20 soluble en agua; es decir, una sal que puede ser hidratada en una suspensión acuosa; se pueda utilizar para la fabricación de las - composiciones detergentes de acuerdo con la invención. Como las - composiciones detergentes se proyectan o formulan generalmente para ser utilizadas en zonas que tienen aguas llamadas "duras" (es
25 decir, aguas que contienen disueltos iones "dureza", tales como - calcio, magnesio, y hierro, que pueden reaccionar con el jabón para producir, por ejemplo, un producto insoluble e indeseable), se prefiere que la sal polifosfato de metal alcalino hidratable, tenga la propiedad de secuestrar los iones "dureza", al ser disuelta
30 en agua "dura" en suficiente cantidad. Los polifosfatos de metales

288157



alcalinos que se sabe que tienen esta propiedad particular, incluyen los tripolifosfatos de metales alcalinos, pirofosfatos de metales alcalinos, así como los polifosfatos en cadena de metales alcalinos que tienen de 4 a 8 o más átomos de fosfato en sus moléculas. Entre los de este grupo se prefieren especialmente los tripolifosfatos de metales alcalinos, aunque se prefieren todavía más el tripolifosfato sódico. Debido principalmente a su ventaja económica sobre las otras sales polifosfato de metales alcalinos hidratable descri tas arriba, así como por otras consideraciones, son generalmente una clase preferida para ser utilizada en los procedimientos de esta invención, las sales polifosfato que tienen cationes sodio y/o potasio.

Las composiciones detergentes de baja densidad aparente que pueden ser preparadas por medio de los procedimientos de esta invención, son las que contienen una cantidad significativa del polifosfato de metal alcalino; es decir, usualmente por lo menos un 10% en peso aproximadamente y, con frecuencia, un 75% aproximadamente, basados en el peso total de la composición detergente sólida final. Sin embargo, generalmente, se prefiere que las composiciones finales contengan entre aproximadamente 15 y aproximadamente 70% en peso de la sal polifosfato de metal alcalino de la cual, por lo menos un 60% aproximadamente y preferiblemente por lo menos un 75% aproximadamente está en estado hidratado.

Aunque en los objetos arriba mencionados se ha señalado que en los procedimientos de la presente invención las sales polifosfato hidratadas no necesitan ser expuestas a temperaturas de degradación elevadas, tales como las que se utilizan ordinariamente en las operaciones de secado por pulverización de detergentes, será sin embargo necesario generalmente aplicar calor de alguna manera a las suspensiones de detergentes que se utilizan aquí, a fin de alcanzar

288157



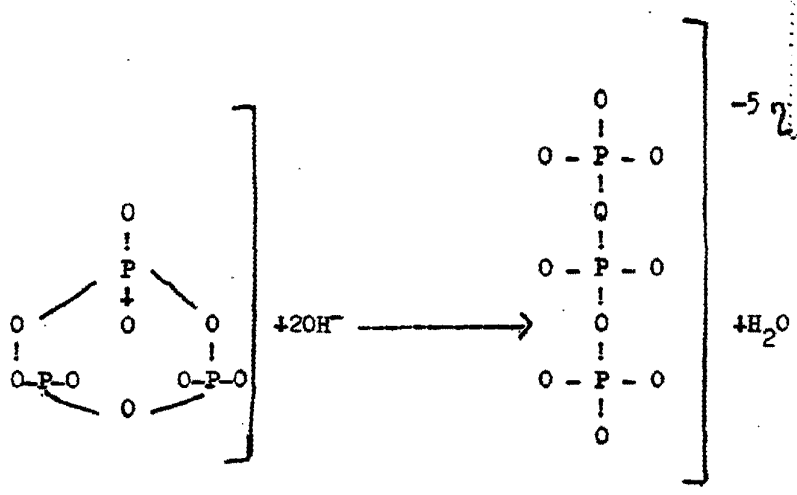
2

temperaturas en la suspensión de por lo menos 50°C aproximadamente, durante algunas de las últimas etapas de los presentes procedimientos. Un método que se ha descubierto mediante el cual en las elaboraciones de detergentes de esta invención se puede introducir de manera simultánea calor y el tripolifosfato conveniente, y mediante el cual pueden obtenerse también varias ventajas adicionales (que incluyen mayor facilidad para controlar la viscosidad de las suspensiones de detergentes, de la que es ordinariamente posible utilizar los tratamientos usuales de las suspensiones que implican el uso de tripolifosfatos y un procedimiento total más rápido para la fabricación de detergentes en comparación con los procedimientos usuales para la fabricación de productos detergentes comparables y otros), consiste en utilizar como una de las materias primas principales de la suspensión de detergentes, un trimetafosfato de metal alcalino y, preferiblemente trimetafosfato sódico. Por consiguiente, estos procedimientos que implican la utilización de trimetafosfatos de metales alcalinos constituyen realizaciones especialmente preferidas de la invención. Estas realizaciones preferidas hacen posible que un fabricante de detergentes haga un uso ventajoso de la reacción de los trimetafosfatos de metales alcalinos con una base, en presencia de cationes de metales alcalinos - (cuando se desea una composición detergente final completamente soluble en agua), para producir un tripolifosfato de metal alcalino. La reacción que está acompañada por el desprendimiento de una gran cantidad de calor, se cree que está representada por la siguiente serie de operaciones:

El anillo trimetafosfato es escindido inicialmente por la base, formándose el anión tripolifosfato, como se muestra en la ecuación (1):

232157

5



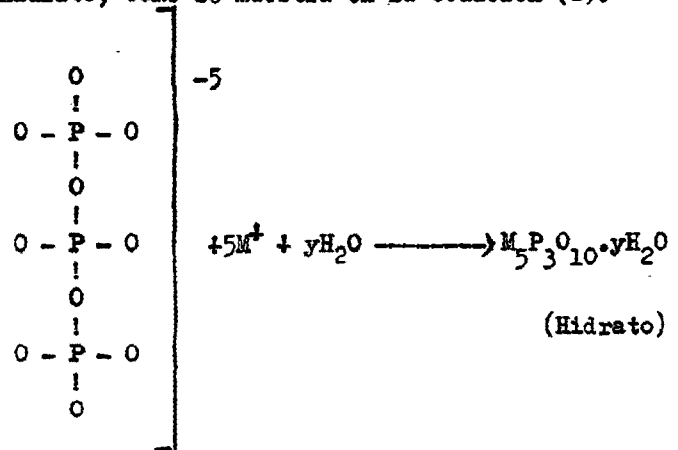
Trimetafosfato

Trimetafosfato

10

El tripolifosfato cristaliza subsiguientemente en la suspensión como hidrato, como se muestra en la ecuación (2):

15



20

en las cuales M es un catión de metal alcalino e y es un entero igual al número de moléculas de agua que son necesarias para preparar una sal hidrato identificable del tripolifosfato de metal alcalino particular que resulta de la reacción arriba descrita. Generalmente, y será un número entero comprendido en el margen de 1 a 15. Por las diversas razones señaladas arriba, se prefiere que M represente sodio y, por lo tanto, que y sea igual a 6.

25

Cuando se utiliza para formular y fabricar composiciones detergentes de acuerdo con la presente invención, un trimetafosfato de metal alcalino, y particularmente el trimetafosfato sódico, puede uti-

30



lizarse prácticamente cualquier cantidad del material hasta un 60% en peso aproximadamente, basado en el peso total de la suspensión completamente formulada, o incluso más. Sin embargo, la cantidad de trimetafosfato de metal alcalino que se utiliza realmente, depende, por lo general, de dos requerimientos fundamentales del fabricante de detergentes: la cantidad de tripolifosfato que desea en su producto detergente final, y la proporción de esta cantidad de tripolifosfato que debe estar en estado hidratado. Debido a que los productos que resultan de la práctica de esta invención deben contener generalmente un 15% aproximadamente por lo menos de tripolifosfato hidratado (cuando se utiliza trimetafosfato como materia "prima"), las suspensiones que se consideran aquí contendrán inicialmente de ordinario por lo menos aproximadamente 5 a 8% en peso (basado en el peso de los "sólidos" en suspensión) de uno de los trimetafosfatos de metales alcalinos. Por otra parte, debido a la presencia de agua, base fuerte y otros ingredientes detergentes en las suspensiones completamente formuladas, no se pueden utilizar en ellas generalmente más de aproximadamente un 60% en peso de cualquiera de los trimetafosfatos de metales alcalinos, si se desea una conversión relativamente completa del trimetafosfato en tripolifosfato en el procedimiento de fabricación de detergentes. Se prefiere que la cantidad de trimetafosfato de metal alcalino que se utiliza en las suspensiones acuosas en la práctica de esta invención, sea de aproximadamente 15 hasta aproximadamente 60% en peso (basado en el peso total de la suspensión completamente formulada justamente antes de la operación de "hidratación" del procedimiento de esta invención, cuya operación se describirá con mayor detalle a continuación).

Las bases que pueden ser utilizadas en la práctica de esta invención son todas aquellas que pueden provocar la formación de

288157



205

suficiente cantidad de iones hidroxilo en la suspensión acuosa, para que reaccionen con el trimetafosfato de metal alcalino de acuerdo con la reacción precedentemente sugerida. Se ha descubierto que del grupo de materiales conocidos como "bases", solamente los que son relativamente fuertes pueden ser causa de que tenga lugar la reacción de trimetafosfato o tripolifosfato. Así, en toda la presente descripción y en las reivindicaciones adjuntas, el término "base fuerte" se propone abarcar aquellas bases que son suficientemente fuertes para provocar la formación de un "exceso" de iones hidroxilo en los medios acuosos que contienen tripolifosfato de metal alcalino disuelto. Para las finalidades de esta invención, las "bases fuertes" que pueden ser utilizadas son las que proporcionan un pH de la solución medido a 25°C de, por lo menos, 10,2 aproximadamente, cuando se disuelven en agua destilada en cantidad de un 1% en peso. Se sobreentenderá que el término "base fuerte" abarca por ejemplo compuestos básicos tales como, por ejemplo, carbonatos de metales alcalinos, silicatos de metales alcalinos, ortofosfatos trimetálicos alcalinos, óxidos de metales alcalinos y óxidos de metales alcalino-térreos y similares (cuyos compuestos no contienen realmente aniones hidroxilo, pero que son causa de que resulten iones hidroxilo (pH alto) cuando se disuelven en agua, así como algunos hidróxidos de amonio cuaternario orgánico, los hidróxidos de metales alcalinos y los hidróxidos de metales alcalino-térreos, tales como hidróxido de calcio e hidróxido magnésico, etc. Las consideraciones económicas dispondrán generalmente que se utilicen las "bases fuertes" inorgánicas. De éstas, se prefiere utilizar los hidróxidos, carbonatos y silicatos de metales alcalinos (que tienen relaciones de $\text{SiO}_2/\text{M}_2\text{O}$ inferiores a 2,0, donde M es un catión de metal alcalino). -

Todavía más preferidas son las formas sódicas y potásicas de estos

288157



materiales.

Las cantidades de las diversas bases fuertes descritas arriba que pueden ser utilizadas en esta invención, variarán considerablemente, dependiendo de factores como el peso molecular de la base, su fuerza como base, velocidad de disolución en agua, etc. Sin embargo, la cantidad será siempre suficiente para proporcionar suficientes iones hidroxilo de manera que por lo menos una cantidad o proporción sustancial (es decir por lo menos la mitad y preferiblemente por lo menos 7 décimas partes aproximadamente) del trimetafosfato de metal alcalino de la solución, pueda ser convertida en el correspondiente tripolifosfato de metal alcalino. Así, la cantidad de la base inorgánica particular que puede ser utilizadas (en la suspensión) en la práctica de esta invención, será generalmente por lo menos suficiente para proporcionar aproximadamente 1 y preferiblemente por lo menos 1,4 equivalentes molares, aproximadamente, de iones hidroxilo por mol de trimetafosfato presente en la suspensión. Como son necesarios 2 moles de iones hidroxilo para convertir un mol de trimetafosfato en tripolifosfato cuando se desea la conversión sustancialmente completa de trimetafosfato de metal alcalino, se prefiere todavía más que la suspensión sea formulada de modo que contenga por lo menos dos equivalentes molares aproximadamente de base fuerte por mol de trimetafosfato. Como las concentraciones muy altas de base en las suspensiones detergentes provocarán algunas veces la degradación del tripolifosfato (especialmente del tripolifosfato hidratado) y, también, porque si se utiliza un exceso muy grande de base algo del exceso de base (el exceso de la cantidad requerida para convertir el trimetafosfato) debe ser neutralizado ordinariamente con ácido antes de la operación de "secado" del procedimiento es decir con el fin de mantener una alcalinidad conveniente en el producto detergente final), la cantidad de base fuerte presente

288157

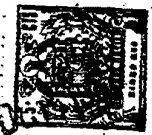


en las suspensiones de detergentes que se utilizan en la práctica de la invención, no será mayor generalmente de 10 equivalentes molares aproximadamente y, preferiblemente, cuando más 6 equivalentes molares aproximadamente de base por mol de trimetafosfato presente en las suspensiones. Las precauciones adicionales que deben ser observadas de ordinario cuando se utilizan estas bases extremadamente fuertes como los hidróxidos de metales alcalinos y especialmente el hidróxido sódico, para la conversión de trimetafosfato a tripolifosfato, se expondrán subsiguientemente junto con la exposición de los diversos procedimientos de manipulación que pueden ser utilizados en los procedimientos de esta invención.

Aunque se aprecia que algunas bases inorgánicas se emplean usualmente en composiciones detergentes y en procedimientos para fabricarlas, las cantidades de base a que se refiere esta invención, estarán prácticamente invariablemente en exceso de las cantidades que se emplean actualmente. Por ejemplo, las soluciones al 2% en agua destilada de las composiciones detergentes usuales secadas por pulverización, exhiben frecuentemente pH alcalinos que abarcan desde aproximadamente 8 hasta aproximadamente 10,5 o quizá aún ligeramente más altos que 10,5. Se desea mantener estos niveles de alcalinidad en el producto final, porque los productos se comportan frecuentemente mejor en condiciones de lavado ligeramente alcalinas. Además, se necesita un cierto grado de alcalinidad en el producto a fin de mantener los silicatos inhibidores de la corrosión en un estado soluble en agua. Sin embargo, la práctica de la presente invención requiere generalmente que se incorpore a las suspensiones detergentes una cantidad de bases significativamente mayor de la que se había empleado hasta ahora.

Otra ventaja de la presente invención es que cuando se utilizan trimetafosfatos de metales alcalinos como se ha descrito has

288157



20

ta ahora, se puede obtener un control fácil de la velocidad de hidratación de la sal tripolifosfato resultante dentro de la -
suspensión de detergente. Esto es una indudable ventaja sobre las elaboraciones de suspensiones detergentes de la técnica anterior, en las cuales el tripolifosfato sódico por ejemplo es -
la materia prima de polifosfato más ampliamente utilizada, debido a que la velocidad de hidratación del tripolifosfato sódico es de ordinario una variable del proceso muy difícil de controlar, pero importante. Este fácil control de la velocidad de hidratación presta una ventaja adicional de gran flexibilidad a los procedimientos de la presente invención. Algunas de las consecuencias de esta ventaja particular, se expondrán con mayor detalle a continuación. Generalmente, cuanto más alta sea la temperatura de la mezcla acuosa de base fuerte y trimetafosfato de metal alcalino, más rápida será la velocidad de formación del tripolifosfato de metal alcalino que se obtiene como resultado de la conversión alcalina del trimetafosfato descrito en la ecuación 1 anteriormente Sin embargo, en tanto que la base fuerte se mantenga fuera de las suspensiones que contienen trimetafosfato de metal alcalino, no tendrá lugar más que una conversión muy escasa, si es que hay alguna, del trimetafosfato en tripolifosfato, independientemente de lo elevada que se mantenga la temperatura de la suspensión. La velocidad de conversión de trimetafosfato en tripolifosfato puede ser aumentada mediante el aumento de la fuerza iónica (concentración) de una suspensión de detergente dada. Por lo tanto, los que prefieren utilizar velocidades de conversión muy elevadas en el procedimiento de esta invención, pueden hacerlo ventajosamente, utilizando suspensiones de detergente altamente concentradas. Se ha descubierto también que la presencia de más de aproximadamente un 0,5% en peso de sulfato sódico en la suspensión (mientras se

288157



está realizando la reacción de conversión del trimetafosfato), actúa de algún modo como catalizador de la reacción de conversión, aumentando algunas veces la velocidad de conversión en un 50% o más.

5 Como una cantidad dada de trimetafosfato de metal alcalino en cualquier suspensión de detergente dada, contribuye a la viscosidad aparente de la suspensión sustancialmente menos de lo que haría una cantidad correspondiente de tripolifosfato sódico (el cual generalmente está presente en la suspensión en gran parte como hexahidrato), se pueden preparar por ejemplo suspensiones que
10 tengan viscosidades inesperadamente bajas durante la etapa de mezclado de tales procedimientos. En comparación con suspensiones que contienen tripolifosfatos hidratados o hidratantes, y que son equivalentes en otros aspectos, esta baja viscosidad de la suspensión
15 da como resultado un ahorro considerable en la cantidad total de energía consumida en los procesos generales de obtención del detergente y, especialmente, en la etapa de mezclado de estos procesos. Por otra parte, las suspensiones más concentradas (que contienen
20 menos agua), pueden ser manipuladas en un elemento de Equipo de mezclado o de bombeo, si se desea, en comparación con suspensiones equivalentes que contienen hidrato de tripolifosfato. Los datos que figuran en la tabla 1 a continuación, dan alguna idea de la extensión que puede tener esta reducción de la viscosidad de la suspensión, si se utiliza trimetafosfato sódico (más de 2 moles aproximadamente de NaOH por mol de trimetafosfato) para la preparación de
25 suspensiones de detergentes, en comparación con un procedimiento usual para preparar una suspensión equivalente de detergente utilizado tripolifosfato sódico, en forma de la modificación a baja temperatura.



Tabla 1

Viscosidad aparente de la suspensión medida a 40°C (-)

Tiempo, minutos	Viscosidad de la suspensión en centipoises (-)	
	<u>Trimetafosfato</u>	<u>Tripolifosfato</u>
5		
0	415	400
3	410	500
6	400	2600
9	410	11000
10	15	460
100 nivel a	1500	19000

(-) Suspensión de un 50% aproximadamente de sólidos totales (no volátiles a 105°C) preparada por mezclado de 25 partes (en peso) de $\text{Na}_3\text{P}_3\text{O}_9$ ó de 30 partes de $\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$, 12,5 partes de dodecil benzeno sulfonato sódico, 0,7 partes de tolueno sulfonato sódico, 0,5 partes de carboximetilcelulosa sódica, 13,5 partes de Na_2SO_4 , 35 partes de agua más 6,5 partes de NaOH en la suspensión de tri metafosfato.

(—) Medida con el viscosímetro Bendiz Ultraviscoson.

Ordinariamente, no es necesario ocuparse del grado de temperatura a que se mantienen las suspensiones de detergentes que contienen los trimetafosfatos de metales alcalinos, mientras la base fuerte esté esencialmente ausente de las suspensiones. Sin embargo, debido a la velocidad extremadamente alta de degradación de los tripolifosfatos hidratados (tales como el hexahidrato de tripolifosfato sódico preferido) en los sistemas fuertemente básicos, cuando las temperaturas se elevan sustancialmente por encima de unos 115°C, las temperaturas de las suspensiones formuladas con trimetafosfato de metal alcalino que se utilizan de acuerdo con esta invención, deben ser mantenidas general-

288157



200

mente por debajo de unos 135°C y, preferiblemente, por debajo de -
unos 120°C, mientras se está convirtiendo el trimetafosfato de me-
tal alcalino en tripolifosfato. De manera similar, como la veloci-
dad de conversión de trimetafosfato en tripolifosfato con una base
fuerte, aumenta con el aumento de la temperatura de la suspensión,
deben mantenerse generalmente las temperaturas de las suspensiones
por encima de unos 50°C, y preferiblemente por encima de unos 70°C,
durante por lo menos la última mitad de la etapa de conversión. -
Sin embargo, si se desea se pueden utilizar temperaturas incluso in-
feriores a unos 50°C. (Se pueden obtener temperaturas superiores a
unos 105°C en las suspensiones y mezclas de reacción, realizándo -
los procedimientos a presiones más altas que la atmosférica).

Incluso cuando se utiliza temperatura de suspensión bastante
bajas, inferiores a unos 70-80°C, durante una fracción grande o in-
cluso durante la mayor parte del tiempo de conversión del trimetafos-
fato a tripolifosfato, es indudablemente ventajoso permitir que la -
temperatura de la suspensión aumente hasta el punto de ebullición del
agua libre de la suspensión durante las últimas etapas de la reacción
de conversión, de modo que se convierta realmente en vapor algo del
agua de la suspensión. El vapor que por lo general se genera inicial-
mente en forma de burbujas de gas discontinuas (vapor de agua) en la
suspensión, puede entonces a su vez provocar la conversión de la sus-
pensión en una espuma de densidad bastante ligera. Seguidamente, al
convertirse el resto del trimetafosfato en tripolifosfato (mientras
la suspensión está en estado espumado) y al hidratarse a su vez el
triplifosfato, la viscosidad aparente, de la suspensión se vuelve ca-
da vez más elevada, hasta que después de haber sido absorbida por el
tripolifosfato para formar la sal hidratada una proporción sustancial
del agua libre de la suspensión, o bien de haber sido expulsada de -
la suspensión por evaporación, o ambas cosas (generalmente ambas), la

288157



mezcla de reacción se convierte en una masa sólida, aparentemente "húmeda", que contiene generalmente todavía varios tantos por ciento en peso de agua libre, la cual, si se desea, puede ser eliminada por secado subsiguiente de la masa húmeda, o por absorción adicional del agua libre por formación de hidrato. Se ha observado que esta formación de "hidrato" retardada tiene lugar incluso a continuación de la reacción de conversión arriba descrita. Por ejemplo, puede tener lugar fácilmente en composiciones que contienen materiales hidratables, tales como sulfato sódico, y en ciertas sales fosfato que forman sus hidratos a temperaturas por debajo de las que se utilizan generalmente en la operación de hidratación-espumación (descrita arriba) de los procedimientos de la presente invención.

Cuando se efectúa a la presión atmosférica la precedente operación de hidratación espumación, y se obtienen suspensiones de detergente que tiene solamente agua como fase continua, es necesario, generalmente, calentar las suspensiones hasta una temperatura entre aproximadamente 100°C y aproximadamente 105°C, a fin de generar espuma mediante la conversión del agua en vapor como se ha descrito arriba. Algunas veces, cuando es conveniente realizar la operación de hidratación-espumación de estos procedimientos a temperaturas más bajas de unos 100-105°C, puede utilizarse junto con el agua como fase fluida continua para la preparación de las suspensiones detergentes descritas hasta ahora, una cantidad de disolvente orgánico de punto de ebullición relativamente bajo y completamente miscible con agua, tal como metanol, etanol, isopropanol, acetona, dioxano y similares, o combinaciones de éstos.

Se observará que en cualquiera de estos casos, la temperatura del medio de reacción (la suspensión que se convierte subsiguientemente en un producto detergente sólido durante la operación de hidratación-espumación) se mantiene suficientemente elevada para generar

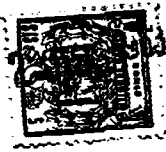
289157



vapor de agua - en forma de vapor de agua puro o como aceótropo
agua/disolvente orgánico de bajo punto de ebullición, por ejemplo,
dependiendo de la composición de la fase continua fluida de la sus-
pensión-cuyo vapor de agua es la causa de la espuma de poca densi-
dad. Sin embargo, no es absolutamente necesario que el gas que ex-
pande la espuma sea vapor. Realmente, y en especial cuando se desean
en los procedimientos de esta invención temperaturas de suspensión
y velocidades de conversión de trimetafosfato más bajas, es venta-
joso algunas veces formar la espuma durante la operación de hidra-
tación-espumación descrita hasta ahora, por soplado, dispersión o
inyección de un gas distinto del vapor de agua en la suspensión. -
Esto puede realizarse de cualquiera de varias maneras que la presen-
te explicación hará evidentes a los razonablemente expertos en la -
técnica. El gas que se inyecta puede ser aire, oxígeno, dióxido de
carbono, nitrógeno, óxido nitroso, hidrógeno, propano, metano, etano,
argón, neón, vapor de agua recalentado, y similares. Puede ser tam-
bien cualquiera de varios materiales sintéticos de punto de ebulli-
ción relativamente más bajo, los cuales son gases a temperaturas por
debajo de unos 100°C y a la presión atmosférica, o que pueden ser -
convertidos fácilmente en gases efectuando ajustes de temperatura
y/o presión relativamente pequeños, tales como, por ejemplo, los hi-
drocarburos fluorados que incluyen CCl_3F , CCl_2F_2 , $CClF_2$, $CClF_2$, y si-
milares.

Cuando las condiciones durante la operación de hidratación-
formación de espuma son tales que la velocidad de hidratación del
polifosfato es relativamente lenta (tales como cuando se utilizan-
temperaturas de suspensión por debajo de unos 70°C durante la con-
versión de uno de los trimetafosfatos de metales alcalinos), la mag-
cla de reacción (hidratación) debe ser mantenida generalmente en es-
tado espumoso durante un periodo de tiempo más largo que cuando las

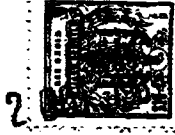
288157



condiciones son tales que favorecen una velocidad de hidratación más alta, siempre que se deseen la mayor parte de los beneficios que pueden ser alcanzados por la práctica de la presente invención. Esta cantidad de tiempo pueden ser reducida (permaneciendo otras condiciones iguales en cualquier proceso dado), utilizando un procedimiento que implica la inyección de un gas, calentándose el gas antes de su introducción en la mezcla de hidratación - hasta una temperatura suficientemente elevada para que dé como resultado la eliminación de algo del agua libre de la suspensión por evaporación . El calor se puede aplicar también directamente a la suspensión por medio de un intercambiador de calor usual, o a través de las paredes de la tubería, correa, u otro recipiente en el que se está efectuando la operación de hidratación-espumación.

Aunque se han bosquejado arriba varios métodos específicos para la producción de la espuma en las suspensiones de detergentes, se verá en esta explicación que se pueden utilizar otros procedimientos para generar la espuma, sin que necesariamente disminuyan en esencia los beneficios que pueden resultar de la práctica de esta invención. Todo lo que ordinariamente es necesario a este respecto (en lo que se refiere a la operación de hidratación-formación de espuma de estos procedimientos) para la práctica de esta invención, es que la suspensión sea espumada y que se efectúe por lo menos una parte sustancial de la hidratación del polifosfato mientras la suspensión está en estado espumoso. Por ejemplo, resulta extremadamente difícil obtener productos detergentes finales que tengan densidades aparentes muy bajas mediante los procedimientos de esta invención, si no se efectúa simultáneamente el mantenimiento de la espuma de la suspensión y, por lo menos, parte de (preferiblemente la última parte de) la hidratación de

288157



los polifosfatos "hidratables" descritos arriba. Generalmente, se pueden obtener productos detergentes de densidad más baja - aceptables, cuando se hidrata tan poco como un 5% aproximadamente (o incluso menos) del polifosfato hidratable total de composición o suspensión, mientras la suspensión se halla en estado - espumoso, aunque se prefiere que por lo menos un 10% de la hidratación tenga lugar durante esta etapa de hidratación-espumación de los procedimientos de la presente invención.

Se observará que la espuma de la etapa de hidratación-espumación puede ser generada continuamente durante todo el período, o durante sólo una parte de la última parte del período durante el cual se hidrata el polifosfato. O bien se puede generar inicialmente suficiente densidad de espuma y ajustar seguidamente las condiciones de la reacción, manteniéndolas de manera que por lo menos una gran parte de las burbujas de gas se mantengan (conserven) en la suspensión hasta que se solidifique. Generalmente, cuanto más burbujas (es decir cuanto mayor es el volumen de las mismas) puedan ser generadas y conservadas en la suspensión durante la etapa de hidratación-espumación, más ligero o de más baja densidad aparente será el producto detergente final. - Así, para los productos detergentes de densidad aparente extremadamente baja, el volumen total de la suspensión espumosa (o la "espuma de poca densidad") debe ser generalmente, por lo menos del 150% aproximadamente y, preferiblemente, de por lo menos el 200% (en volumen), del volumen no aireado de la suspensión, es decir de volumen de la suspensión antes de ser transformada en un estado espumoso.

Debe observarse que en la explicación precedente de la etapa de hidratación-espumación de los procedimientos de esta invención, se puede obtener generalmente una espuma mejor y, por consiguiente, generalmente un producto detergente final más uniforme

288157



20

especialmente cuando la invención se utiliza como procedimiento
continuo para la fabricación de detergentes), cuando en la sus-
pensión hay por lo menos una cantidad eficaz de un "agente espumante"
en el momento en que la suspensión pasa al estado espumoso. El -
5 término "agente espumante" intenta incluir materiales detergentes
activos sintéticos orgánicos aniónicos, no iónicos e incluso an-
folíticos que generalmente son compatibles con los polifosfatos de
metales alcalinos, tanto en soluciones como en suspensiones de to-
das las composiciones detergentes. Así, el término agente espuman-
10 te incluye por ejemplo ingredientes individuales orgánicos acti-
vos como detergentes, tales como los conocidos jabones solubles
en agua (es decir, las sales de sodio y/o potasio de ácidos gra-
sos de coco, ácidos grasos oleílicos, etc.); alcohilarilsulfona-
tos solubles en agua que tienen de 6 a 20 átomos de carbono, y,
15 preferiblemente de 9 a 17 átomos de carbono en su cadena alcohol,
tales como dodecylbencenosulfonato sódico y tetradecylbencenosul-
fonato potásico; sulfatos de alcoholo solubles en agua, tales como
los que se fabrican por sulfatación de alcoholes alifáticos que -
tienen de 6 a 20 átomos de carbono en sus cadenas de alcoholo ra-
20 mificadas o no ramificadas, que incluyen típicamente lauril (C₁₂)
sulfato sódico y potásico, hexadecylsulfatosódico y potásico, oc-
tadecylsulfato sódico y potásico, etc; así como sales de metales
alcalinos de óxido de etileno sulfatado y/o productos de condensa-
ción de óxido de propileno fabricados por etoxidación y/o propoxi-
25 lación (y sulfatación subsiguiente) de diversos compuestos orgá-
nicos hidrófobos que contiene hidrógeno activo, tales como alcoho-
les, mercaptanos, fenoles y aminas; éteres alcoholglicerílicos de
sodio y potasio tales como los que derivan del aceite de sebo y de
coco, que incluyen por ejemplo monoglicérido de ácido graso de -
30 aceite de coco-sulfato sódico, etc.; alcohol graso-amidas, tales -

288157



como N-dodecilmonoetanolamida, N-octadecildietanoamida y similares; condensados de óxido de alcohileno y alcohol (es decir, alcoholes que tiene de 8 a 20 átomos de carbono en configuración - de cadena recta o ramificada, que tienen de aproximadamente 6 hasta aproximadamente treinta moles de óxido de etileno y/u óxido de propileno por mol de alcohol en sus moléculas); condensados de óxido de alcohileno y alcohilfenol (es decir, los preparados por condensación de alcohilfenol que tiene un grupo alcohileno que contiene aproximadamente 6 a aproximadamente 20 átomos de carbono en la cadena) con desde aproximadamente 6 hasta aproximadamente 30 o más moles de óxido de etileno y/u óxido de propileno por mol de alcohilfenol); y similares. De éstos, se prefieren los de la clase aniónica, aunque se prefieren todavía más para utilizarlos en los procedimientos de esta invención, los sulfatos de alcohiloles grasos (o alcoholes) que tiene de 8 a 20 átomos de carbono en sus cadenas de carbono. Algunas veces, cuando se utilizan los materiales no iónicos, activos como detergentes, en ausencia de una cantidad significativa de uno de los materiales aniónicos, activos como detergentes, para la fabricación de productos detergentes de acuerdo con esta invención, se produce una viscosidad de la suspensión inesperadamente elevada en una etapa de la operación de mezclado. Se ha descubierto que este problema puede ser aliviado mediante la adición del polifosfato "hidratable", al final o casi al final y muy lentamente (es decir, a lo largo de un periodo de 2 minutos o más), con agitación, a los otros ingredientes de los detergentes.

El término "agente espumante" incluye también materiales que cuando se añaden a la suspensión, contribuyen en algún grado a la tenacidad o estabilidad de las burbujas en la suspensión espumosa. Tales materiales (distintos de los bien conocidos ingredientes activos como detergentes, tales como los descritos arriba) incluyen



5 polímeros que son solubles en agua hasta un grado suficiente para contribuir a la estabilidad de la espuma, tales como carboximetilcelulosa sódica; hidroximetilcelulosa sódica; polivinilpirrolidona; polímeros hidrolizados y parcialmente hidrolizados preparados por reacción de un alcoholeno inferior, tal como etileno, propileno y éter metilvinílico con anhídrido maléico y/o fumárico, por ejemplo, de anhídrido maléico y etileno, de anhídrido fumárico y propileno, de anhídrido maléico y éter vinilmetílico; de alcohol polivinílico; y similares.

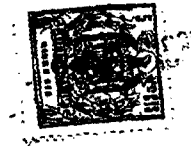
10 La cantidad de agentes espumante en las suspensiones durante la etapa de hidratación-espumación de esta invención, puede variar considerablemente. Generalmente, debe utilizarse más de aproximadamente 0,1% en peso basado en el peso de la suspensión completamente formulada, cuando se desean productos detergentes finales que tengan densidades aparentes bastante bajas. Sin embargo,
15 para obtener mediante estos procedimientos productos detergentes finales de densidades aparentes muy bajas, debe utilizarse generalmente por lo menos aproximadamente 0,25 y, preferiblemente, por lo menos aproximadamente 0,5% en peso del agente espumante. Como los diferentes agentes espumantes se comportan con diferentes
20 grados de eficacia que dependen de muchos factores que incluyen la temperatura de la suspensión, la concentración de "sólidos" en la suspensión, los ingredientes reales contenidos en la suspensión y muchos otros, no puede fijarse aquí definitivamente la concentración óptima para cada agente espumante. Sin embargo, se considera que está dentro de la capacidad de los razonablemente expertos
25 en la técnica a la vista de ésta exposición, el averiguar las concentraciones óptimas para la fabricación de su propio productos detergente particular,

30 En la práctica de esta invención, se puede utilizar prácticamente cualquier procedimiento de manipulación para realizar las

288157



diversas operaciones o etapas en los procedimientos expuestos -
arriba. Por ejemplo, el orden de adición de los diversos ingre-
dientes para la preparación de cualquiera de las suspensiones,
excepto las que contienen más de algunos tantos por ciento en
5 peso de trimetafosfato de metal alcalino, no es crítico en ab-
soluta. Incluso si en estos procedimientos se utilizan trimetafos-
fatos de metales alcalinos, normalmente la única precaución que
se necesita observar a fin de obtener excelentes resultados, es
que las composiciones que contiene tripolifosfato no deben ser
10 mezcladas generalmente con las bases más fuertes, tales como hi-
dróxido sódico, a menos que la base se diluya con agua hasta por
debajo de un 50% en peso aproximadamente y, preferiblemente, por
debajo de un 35% en peso aproximadamente, antes de que la base
fuerte se mezcla con el trimetafosfato de metal alcalino. De -
15 otro modo, la base fuerte debe ser eficazmente diluida con agua
en la suspensión misma, tan rápidamente como sea posible, después
de añadir la base a la suspensión. Sin embargo, si un fabricante
no está especialmente interesado en la completa reducción al mínimo
de la degradación del tripolifosfato durante sus operaciones de
20 fabricación, no siquiera esta precaución necesita ser estricta-
mente observada. Si se observa esta precaución, es un método ven-
tajoso de efectuarla que reúne varios de los inesperados atribu-
tos convenientes del empleo del trimetafosfato de metal alcalino,
y especialmente del trimetafosfato sódico, el preparar primeramen-
25 te una suspensión de detergente formulada prácticamente por com-
pleto; la cual contienen, por lo general, cualquier agente espuman-
te, agente para evitar la destrucción de la espuma o agente de an-
ti-redeposición, abrillantadores ópticos, blanqueadores, ablanda-
dores de tejidos, silicatos o fluosilicatos de metales alcalinos
30 inhibidores de la corrosión, o cualesquiera otros materiales que



se desee que estén presentes en la composición o producto de-
tergente final, pero que no contienen la base fuerte (llamada
aquí "la suspensión precursora"). Además, la suspensión precu-
sora debe contener también el trimetafosfato. Debido a la visco-
5 sidad inesperadamente baja de las suspensiones que contienen el
trimetafosfato, se pueden preparar suspensiones precursoras que
tengan una cantidad de agua comparativamente pequeña (en compa-
ración con las suspensiones detergentes usuales que contienen
prácticamente de manera invariable tripolifosfato hidratante o
10 hidratado), pero que retienen su propiedad de ser bombeadas y otras
características de fluidos. Por ejemplo, se pueden fabricar y uti-
lizar en los procedimientos de esta invención, suspensiones pre-
cursoras que contienen hasta un 90% en peso de material no volá-
til ("sólidos" - que incluyen el trimetafosfato). En tanto las
15 base fuerte sea mantenida fuera de la suspensión precursora, su
viscosidad baja se podrá mantener por lo general casi indefini-
damente, sin que tenga lugar una degradación sustancial del tri-
metafosfato. De este modo un fabricante de detergentes puede -
preparar sus suspensiones precursoras si lo desea, antes del momen-
20 to en que necesite producir su producto detergente final. Ade-
más, si parte de su equipo de elaboración se avería, un fabri-
cante de detergentes puede conservar su suspensión precursora
durante largos periodos de tiempo, si fuera necesario, prácti-
camente con toda impunidad, mientras que si hubiera preparado
25 una suspensión usual utilizando tripolifosfato sódico, la degra-
dación hidrilitica del tripolifosfato en la suspensión después
de un prolongado almacenamiento podría destruir prácticamente -
la utilidad de la suspensión para sus procesos.

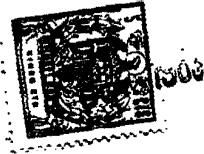
Una vez preparada la suspensión precursora, el fabricante
30 de detergentes puede utilizar ahora varias manera de llegar a la

288157



etapa final esencial de los procesos de esta invención. Como es conveniente que la etapa de hidratación-espumación sea ejecutada con relativa rapidez y como la velocidad de conversión del trimetafosfato a tripolifosfato es muy alta a temperaturas elevadas, la suspensión precursora puede ser calentada hasta una temperatura por encima de unos 50°C, y preferiblemente por encima de unos 70°C, en una de las realizaciones preferidas de esta invención, antes de mezclar con ella la base fuerte. En este caso, la reacción de conversión transcurre rápidamente (generalmente en unos 2 minutos, cuando se utiliza, por ejemplo, hidróxido sódico o hidróxido potásico a las temperaturas más altas de la suspensión precursora), después de que la base fuerte se mezcla en o con la suspensión precursora. De hecho, el calor de la conversión del trimetafosfato en tripolifosfato y, por lo tanto, en triplifosfato hidratado, es por lo general suficientemente elevada para que la reacción de conversión pueda ser de naturaleza esencialmente autocatalítica, si no se elimina deliberadamente de la suspensión la mayor parte de este calor. Por ejemplo, cuando se mezcla rápidamente una suspensión precursora que contiene más de aproximadamente 10% en peso de trimetafosfato sódico y que tiene una temperatura de unos 80°C, con aproximadamente 2 moles de hidróxido sódico por mol de trimetafosfato, en condiciones prácticamente adiabáticas, la reacción de conversión comienza inmediatamente. El calor de la conversión hace aumentar la temperatura de la masa de reacción, la cual a su vez provoca un aumento de la velocidad de conversión del trimetafosfato en tripolifosfato. Aumentando la temperatura de la masa de reacción unos 25°C, se puede conseguir un aumento de 10 veces o más en esta velocidad de conversión. De este modo, mezclando la base fuerte con la suspensión precursora a una temperatura relativamente elevada, el fabricante puede estar razonablemente seguro de que su etapa de hidratación-

288157



espumación no requerirá un tiempo excesivamente prolongado. Realmente, siempre que no se extraiga calor del sistema, el vapor de agua y la espuma pueden ser usualmente generados en las suspensiones de detergentes que se tratan, de la misma manera que se ha descrito inmediatamente antes (suspensión precursora + base fuerte), dentro del espacio de unos pocos minutos a partir del momento en que la base fuerte se mezcla con la suspensión precursora. También se pueden obtener resultados prácticamente equivalentes, por mezclado de la suspensión precursora y de la base fuerte, o incluso por formulación de la suspensión de cualquier manera particular deseada, a una temperatura bastante baja (es decir, por debajo de unos 50°C) y aumentando subsiguientemente la temperatura de la suspensión hasta por encima de unos 70°C, por ejemplo - por medio de calor aplicado exteriormente. Esto se puede efectuar haciendo pasar la suspensión a través o sobre un intercambiador calentado eléctricamente o por vapor de agua.

Otro método mediante el cual puede conseguir un fabricante este mismo resultado, es haciendo pasar la suspensión bastante fría y completamente formulada (que contiene trimetafosfato y base fuerte) a través de una tubería recorrida por vapor de agua, utilizando presiones más altas que la atmosférica y temperaturas por encima de unos 105°C, si se desea obtener velocidades de conversión todavía mayores. Antes de que haya terminado la conversión se prefiere, generalmente depositar la suspensión en algún recipiente, a fin de completar la etapa de hidratación-espumación arriba descrita en ausencia de una cantidad excesiva de agitación. (La agitación excesiva durante la etapa de estos procedimientos en los que tiene lugar la "solidificación" de las suspensiones de detergentes, puede dar como resultado un aumento considerable de la densidad aparente del producto detergente final, en comparación

288157



con la de una que no ha sido sustancialmente agitada durante la última parte de la etapa de hidratación espumación). Así, cuando se efectúa la etapa de hidratación-espumación en un recipiente que contiene una paleta u hoja agitadora, u otros medios para agitar internamente la suspensión, es mejor detener los medios de agitación mientras solidifica la suspensión espumosa. O, si se desea, la suspensión puede ser volcada desde el recipiente agitador interiormente, en una batea u otro recipiente, o sobre una correa móvil, poco antes de que solidifique la suspensión espumosa, a fin de reducir al mínimo la agitación durante este periodo de "solidificación". Sin embargo, la base fuerte debe ser completa y uniformemente distribuida en la suspensión, antes de alcanzar la etapa de solidificación.

Todavía otro método conveniente para fabricar detergentes de baja densidad aparente por medio del procedimiento de la suspensión precursora descrito arriba, es efectuarlo de manera continua. Por ejemplo, la suspensión precursora caliente puede ser introducida en un dispositivo mezclador usual, en la cual se puede mezclar completa y rápidamente la suspensión precursora con la base fuerte, la cual se introduce también en el dispositivo a una velocidad calculada para obtener el producto final deseado. Seguidamente, la suspensión completamente formulada puede ser vertida o echada gota a gota o bombeada desde el dispositivo mezclador a un recipiente, donde se permite que empiece o continúe la espumación y la subsiguiente solidificación para dar el producto detergente final. La suspensión precursora fría se puede hacer pasar a través de una tubería o serie de tuberías recorrida por vapor de agua o calentadores eléctricamente, antes de ser introducida en el dispositivo de mezclado. Cuando se utiliza un procedimiento como éste de una manera continua, es conveniente y ventajoso verter la suspensión

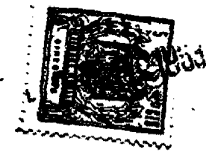
288157



completamente formulada sobre una correa móvil, proyectada para
contener sustancias fluidas. Seguidamente, la suspensión puede
ser espumada y tratada con vapor de agua sobre la correa solidifi-
cada subsiguientemente sobre ella. A continuación, se puede hacer
5 pasar el producto de menor densidad a través de una estufa de dese-
cación (que funciona generalmente a una temperatura que no degrada
excesivamente el tripolifosfato hidratado), si se desea eliminar
algo del exceso de agua libre que pueda estar presente. Sin embar-
go, esta etapa de secado en estufa no es esencial para la prácti-
10 ca con éxito de la invención. O si se desea, la suspensión calien-
te y completamente formulada puede ser mantenida en una tubería o
conducto o en otro recipiente a una presión más alta que la atmos-
férica, hasta que la temperatura de la suspensión alcance allí el
punto de ebullición del agua. Seguidamente, se puede pulverizar o
15 dejar escurrir gota a gota en una torre alta, similar a una torre
de secado por pulverización de tipo usual, dejándola que gotee a
través de la torre. La torre puede contener aire caliente y seco
para ayudar a la eliminación de algo del agua libre, pero la tempe-
ratura en el interior de la torre debe conservarse generalmente con-
20 siderablemente inferior a la que se utiliza en las operaciones usua-
les de secado por pulverización. Así, la espumación, hidratación y
solidificación durante la caída a través de la torre caliente, pue-
de dar como resultado la formación de un producto detergente de baja
densidad aparente, mediante un mecanismo completamente diferente del
25 que se emplea usualmente en equipos similares (es decir, una torre
de secado por pulverización).

En los siguientes ejemplos que son ilustrativos de algunas
realizaciones de la presente invención, todas las partes están da-
das en peso a menos que se indique de otro modo.

288437



EJEMPLO I

En un recipiente mezclador de acero inoxidable, de tipo usual el cual está equipado con un agitador usual del tipo de paletas y rodeado por una camisa por la que circula agua caliente o agua fría o vapor de agua, se cargan 2000 partes de agua, 900 partes de dodecibenceno sulfonato sódico, 600 partes de laurilsulfato sódico, 1000 de sulfato sódico, 2840 partes de trimetafosfato sódico, 1140 partes de silicato sódico (47% de sólido) que tiene una relación de $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ de 2,40, y 55 partes de carboximetilcelulosa sódica de calidad para detergentes. La suspensión precursora resultante se agita durante 10 minutos, durante cuyo tiempo se eleva la temperatura de la suspensión hasta 80°C, haciendo circular vapor de agua a través de la camisa del mezclador.

Seguidamente, se vierten con rapidez en la suspensión precursora caliente, mientras se agita ésta moderadamente, 1590 partes de una solución acuosa al 50% de hidróxido sódico. Al cabo de unos 45 segundos de agitación moderada, durante los cuales el hidróxido sódico se mezcla bien con la suspensión precursora, la temperatura de la suspensión empieza a elevarse. La agitación se detiene justamente antes de que la temperatura de la suspensión alcance los 100°C. Cuando la temperatura de la suspensión alcanza unos 103°C, la suspensión empieza a expandirse en volumen, ascendiendo en el recipiente mezclador de tal manera que el volumen de la suspensión espumosa es de por lo menos 2 a 8 veces el de la suspensión precursora. El vapor de agua empieza a escaparse de la masa burbujeante y se endurece rápidamente hasta formar una masa blanda dividida en partículas y aparentemente húmeda. Al cabo de unos pocos minutos no se desprende más vapor de agua de la masa de reacción solidificada, y su volumen disminuye ligeramente mientras se enfría hasta la temperatura ambiente. En este momento contiene, aproximadamente

288157



2

un 30% en peso de agua, de cual 12,7% se considera como agua libre, y un 92% aproximadamente del equivalente teórico (basado en la cantidad de trimetafosfato sódico cargada a la suspensión precursora) de tripolifosfato sódico, que está sustancialmente todo presente en forma del hexahidrato. Después de secar el aire durante la noche para eliminar la mayor parte del exceso de agua libre, el producto detergente final es libremente fluyente, no forma sustancialmente bloques, no es higroscópico, tiene una densidad aparente de 0,35 aproximadamente, y contiene un 54% en peso aproximadamente, de tripolifosfato sódico hexahidrato.

Obsérvese que en el Ejemplo I no se experimenta ninguna dificultad en lo que respecta a la formación de grumos en la suspensión precursora ni en la suspensión completamente formulada. Si se hubiera seguido el mismo procedimiento de preparación de la suspensión utilizando tripolifosfato sódico anhidro en lugar de trimetafosfato sódico, se hubieran probablemente formado muchos grumos perjudiciales de tripolifosfato parcialmente hidratado sin disolver, especialmente si se hubiera utilizado la modificación a temperatura alta, cuyos grumos no desean en general los fabricantes de detergentes ni en sus suspensiones ni en sus productos detergentes finales.

Otro resultado sorprendente que puede ser obtenido por la práctica de los procedimientos de esta invención, es que los productos detergentes finales que se fabrican mediante un procedimiento tal como el mostrado en el Ejemplo I arriba descrito, proporcionan soluciones acuosas sustancialmente transparentes, incluso cuando se disuelven en agua hasta un grado de aproximadamente 0,5 a 1,0 por ciento en peso. Como comparación, los productos detergentes usuales secados por calor (generalmente secados por pulverización) proporcionan de manera prácticamente invariable soluciones acuosas turbias. Los datos de la Tabla 2 ilustran apropiadamente esta ventaja:



Tabla 2

Transparencia de soluciones acuosas de detergentes al 0,5%

Detergente (-)	% de transmitancia (—)
Producto de la invención	100
Detergente A de tipo usual (secado por pulverización)	37,5
Detergente B de tipo usual (secado por pulverización)	menos de 10,0

5

10

15

(-) Productos de la invención preparado como en el Ejemplo I, pero formulado para que coincida sustancialmente con el detergente usual B.

(—) % de luz transmitida a través de una célula de 25,4 mm, que contiene soluciones de detergentes al 0,5 por ciento en peso, en comparación con la luz transmitida por una que contiene agua destinada.

EJEMPLO II

20

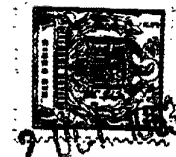
Se formula una suspensión precursora similar a la preparada en el Ejemplo I, con la excepción de que se utiliza en lugar del trimetafosfato sódico, 3.100 partes de una mezcla física que contiene un 50% en peso aproximadamente de trimetafosfato sódico y un 50% en peso aproximadamente de la modificación cristalina a temperatura elevada de tripolifosfato sódico anhidro.

25

Después de que la temperatura del precursor se ha elevado hasta unos 90°C, se mezclan rápidamente con la suspensión, 1160 partes de una solución acuosa de un 35% en peso de hidróxido sódico (en el espacio de unos 30 segundos). Seguidamente, se interrumpe el mezclado y se deja que la suspensión forme espuma. Tan pronto como el volumen de la suspensión espumosa de es unas 5 veces el de la solución precursora, se vierte la suspensión espumosa desde el recipiente de mezclado en forma de una capa de unos 10 cm de profundidad y unos 60 cm de anchura sobre una correa móvil. La mezcla de

30

288157



reacción solidifica rápidamente sobre la correa, en forma de una masa blanda dividida en partículas, la cual después de hacerla pasar a través de un secador rotatorio de volteo, por el que se hace pasar aire seco a 100°C en contracorriente con los sólidos que caen en forma de lluvia, en unos 10 minutos, es un excelente producto de detergente dividido en partículas, que no forma terrones, libremente fluyente y que puede ser fácilmente envasado y vendido directamente al público consumidor. Su densidad aparente es de 0,45 aproximadamente.

10

EJEMPLO III

En un recipiente mezclador de tipo usual, tal como el que se describe en el Ejemplo I arriba indicado, pero que contiene también un anillo de acero inoxidable perforado alrededor del fondo del recipiente de mezclado, se cargan 2000 partes de agua, 200 partes de dodecibencenosulfonato sódico, 670 partes de un producto no iónico que resulta de condensar 100 moles de óxido de etileno con 10 moles de nonilfenol, 1.880 partes de sulfato sódico, 140 partes de silicato sódico (en seco) que tiene una relación de $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ de 2,0, 10 partes de un abrillantador óptico apropiado, y 30 partes de carboximetilcelulosa sódica de calidad para detergentes. Seguidamente, la suspensión resultante se mezcla por completo durante aproximadamente 15 minutos, y se calienta hasta una temperatura de unos 90°C. A continuación, a lo largo de un período de unos 5 minutos, se mezclan en la suspensión caliente 1900 partes de tripolifosfato sódico anhidro. Después de detener el agitador, se fuerza aire caliente a la temperatura de unos 100°C, a través del tubo perforado en el fondo del recipiente mezclador, y se convierte la suspensión en una composición espumosa de poca densidad, la cual solidifica después de unos 5 minutos en forma de un sólido

15

20

25

30

288157



blando dividido en partículas y húmedo. El paso continuado de aire caliente a través de los productos sólidos divididos en partículas evapora con eficacia prácticamente todo el exceso de agua libre de la composición, pero no degrada sustancialmente el tripolifosfato sódico hexahidrato en el producto detergente final. El producto detergente final enfriado, tiene una densidad aparente de 0,50 aproximadamente.

EJEMPLO IV

10 Se prepara una suspensión precursora que es similar a la preparada de acuerdo con el ejemplo I arriba. Su temperatura es de aproximadamente 45° C. A continuación, se introduce continuamente en un conducto de acero inoxidable que tiene un diámetro interior de aproximadamente 25,4 mm. El conducto está rodeado por un camisa de vapor de agua a presión durante una longitud de aproximadamente 9
15 metros, para calentar la suspensión precursora hasta una temperatura próxima al punto de ebullición. La suspensión precursora caliente se incorpora a una solución acuosa de hidróxido sódico al 50%, introducida en una tobera de mezclado en una relación proporcional
20 a 2,01 moles de NaOH por mol de trimetafosfato sódico de la suspensión precursora. La tobera de mezclado está equipada con un agitador y varios deflectores espaciados y destinados a conseguir un mezclado rápido e íntimo de la suspensión precursora con la base fuerte. La temperatura de la suspensión resultante completamente formulada, se eleva hasta unos 115°C por el calor de la reacción, y la
25 presión aumenta hasta aproximadamente 1,8 kg/cm² manométricos. La suspensión se descarga sobre una correa móvil desde el extremo abierto de la tobera mezcladora, en cuya correa se genera rápidamente vapor de agua y el producto forma espuma y solidifica en un material
30 blando y esponjoso. Después de ser enfriado por aire, el producto



detergente final tiene una densidad aparente de 0,65 aproximadamente. El material esponjoso enfriado puede ser fácilmente desintegrado en un producto libremente fluyente granulado o de un tamaño apropiado para los detergentes para lavadoras.

5

Los procedimientos de la presente invención pueden ser ventajosos de muchas maneras para los fabricantes de detergentes, algunas de las cuales se han mencionado en lo que antecede. Sin embargo, es adicionalmente una ventaja muy valiosa el que los fabricantes puedan utilizar actualmente un polifosfato "hidratable" en una sola forma física para la fabricación de una variedad de formas y tipos de productos. Por ejemplo, los productos detergentes de densidad aparente final relativamente baja se pueden hacer pasar a través de una máquina compresora y, seguidamente, se pueden triturar para producir un producto que tenga, si se desea, una densidad aparente más alta. El control de la densidad de los productos detergentes finales puede ser obtenido también, utilizando en la suspensión una pequeña cantidad de un agente antiespumante de tipo usual durante la etapa de hidratación-espumación. Generalmente, cuanto más agente anti-espumante haya (tal como por ejemplo, las conocidas siliconas), más alta será la densidad aparente del producto detergente final. Además mediante el simple cambio de los tipos y cantidades de ingredientes de las suspensiones precursoras y/o completamente formuladas descritas arriba, se puede fabricar mediante los procedimientos de esta invención, un producto detergente que tenga prácticamente cualquier fórmula final deseada (siempre que contenga también una cantidad sustancial de uno de los polifosfatos hidratados deseados). Los fabricantes de detergentes en forma de tabletas o moldeados, pueden también utilizar ventajosamente esta invención. Por ejemplo, algunas tabletas de detergentes usuales se deterioran físicamente al ser expuestas a una atmósfera de gran humedad duran-

10

15


20

25

30

288157

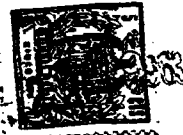
2000



te más de unas horas, aparentemente porque contienen inicialmente tripolifosfato sódico anhidro que tiende a aumentar de volumen al hidratarse para formar el hexahidrato después de entrar en contacto con la atmósfera húmeda. Como comparación, las tabletas preparadas a partir de un producto detergente final tal como el preparado en el Ejemplo I, permanece físicamente estables durante semanas o incluso más, aunque sean expuestas a una gran humedad y a temperaturas relativamente altas.

Todavía otra ventaja de la presente invención es que se puede utilizar para fabricar productos detergentes sólidos moldeados, de densidad aparente relativamente baja, que contienen una red de espacios o celdas de aire. Esta estructura celular combinada con la forma moldeada total (tal como en forma de barra de jabón o prácticamente en cualquier otra forma deseada) puede dar como resultado una liberación de vapor de agua muy exactamente controlada, durante la etapa de hidratación-espumación de los procedimientos de esta invención. A fin de fabricar tales productos moldeados celulares y sólidos, es esencial controlar la cantidad total de vapor de agua que se forma de manera que salgan de la suspensión espumosa muy pocas burbujas de vapor de agua si es que sale alguna. Así, en la fabricación de una de estas composiciones sólidas moldeadas, debe controlarse o regularse ordinariamente la velocidad de reacción y/o la concentración del trimetafosfato de metal alcalino y de otros materiales de polifosfato "hidrables" en la suspensión, de manera que la cantidad total de vapor y/u otro gas que se genere en la suspensión no sea más de aproximadamente cuatro veces el volumen total sin airear de la suspensión completamente formulada (es decir, el volumen de la suspensión espumosa, es preferiblemente, menor que aproximadamente cinco veces su volumen sin airear). Cuando en la suspensión hay presente uno o más agentes espumantes eficaces, el volumen de la suspensión espumosa puede ser aumentado hasta aproximadamente 8 ó 10 -

288157



veces el volumen sin airear de la suspensión, sin una excesiva rotura de la corriente de burbujas de gas en la espuma antes de que solidifique (cuya rotura y desprendimiento excesivo de vapor de agua o de gas desde la suspensión en el momento o cerca del momento en que la suspensión solidifique, puede dar como resultado la división en partículas del producto detergente final, lo cual no es conveniente por lo general en la fabricación de productos moldeados sólidos que tienen estructuras internas celulares). Quizá la mejor manera de efectuar el control de la cantidad total de gas formado en la suspensión arriba descrito, es manipular la suspensión de manera que el volumen deseado de gas sea todo el que se forme en ella, formándose dicho gas solamente durante la última parte de la etapa de hidratación-espumación. Por ejemplo, cuando se utilizan en estos procedimientos suspensiones que contienen entre aproximadamente 10 y aproximadamente 60 por ciento en peso de trimetafosfato sódico, debe convertirse en tripolifosfato por lo menos la mitad aproximadamente del trimetafosfato sódico, sin que se forme en la suspensión una proporción sustancial de gas o de vapor de agua. Por lo tanto, durante la etapa de hidratación-espumación, solamente debe inyectarse, o ser generado, en la suspensión, la cantidad de gas suficiente para aumentar el volumen de la suspensión espumosa, como se ha indicado arriba. Debe entenderse de lo anterior que como el desprendimiento de grandes cantidades de gas desde la suspensión espumosa no es conveniente en este aspecto particular de la invención, debe ser eliminada o combinada la mayor proporción del agua libre existente inicialmente en las suspensiones, mediante la hidratación del polifosfato y de otros materiales hidratables de la composición tales como sulfato sódico, silicato sódico y similares. Generalmente, se prefiere que por lo menos un 50% en peso aproximadamente del agua libre, esté combinada como hidrato del polifosfato. Esta limitación

288157



de la cantidad del gas generado en la suspensión, se puede efectuar, por ejemplo, por mezclado de la base fuerte y del trimetafosfato a una temperatura bastante baja, de manera que se pueda consumir una gran parte del calor de conversión del trimetafosfato en tripolifosfato, en aumentar la temperatura de la suspensión hasta el punto de ebullición del agua contenida en ella, o hasta el punto en que se genera en ella algún otro gas. También puede eliminarse algo de calor de la suspensión, por medio de intercambiadores de calor apropiadamente situados.

10 Otro procedimiento que puede ser utilizado eficazmente para la fabricación de productos detergentes sólidos moldeados de densidad aparente bajo, es el que implica el paso de una suspensión completamente formulada a través de un conducto caliente, bajo presión si es necesario, para evitar el desprendimiento de vapor de agua
15 a lo largo de la mayor parte del periodo de hidratación del polifosfato. Seguidamente, cuando queda solamente una fracción de la hidratación por completar, cuya fracción es suficiente para provocar la formación de aproximadamente la cantidad deseada de espuma en la -
20 suspensión, se vierte la suspensión en un molde o recipiente. En este momento la temperatura es generalmente igual o superior a la temperatura por encima de la cual se forma gas en la suspensión. La hidratación continuada (y la conversión cuando se utiliza la reacción del trimetafosfato) es causa de la generación de gas en la suspensión y, también, de la solidificación final de la suspensión para
25 dar el producto celular deseado. Cuando se utilizan en estos procedimientos condiciones tales en las que no se genera gas en la suspensión, se puede inyectar la proporción correcta de gas en la suspensión, poco antes de momento en que solidifica de cualquier manera -
particular deseada, como se ha expuesto arriba en líneas generales.

30 Puede apreciarse fácilmente de lo que precede, que en los pro-



cedimientos de la presente invención, se pueden utilizar cualesquiera materiales que puedan utilizarse en los procedimientos usuales para la fabricación de composiciones detergentes. También es importante el que la invención no necesite estar limitada a ser practicada con suspensiones que contengan todos los ingredientes que se encuentran generalmente en las composiciones detergentes usuales secadas por calor. Si se utiliza carbonato de metal alcalino como base fuerte en algunos de los procedimientos de esta invención, los productos finales resultantes pueden contener varias unidades por ciento de bicarbonato de metal alcalino, además de la sal de polifosfato hidratado. Y si se utiliza un exceso de carbonato de metal alcalino, puede aparecer en el producto detergente final como carbonato o como su hidrato, dependiendo de las condiciones particulares de proceso que se utilizan. Además, los procedimientos descritos aquí pueden ser utilizados para la fabricación de hexahidrato de tripolifosfato sódico prácticamente puro, de baja densidad aparente, así como de muchas composiciones mixtas de polifosfato hidratado que, a su vez, pueden ser utilizadas como materias primas en los procesos usuales para la fabricación de productos detergentes.

La presente solicitud que corresponde a la presentada en los Estados Unidos de América, con fecha 6 de Junio de 1.962, bajo el Número 200.325, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

NOTA

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de la presente solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:



1º.- Procedimiento para fabricar un preparado detergente, ca-
racterizado por las etapas de: mantener una dispersión que tiene -
una fase acuosa líquida continua y una fase dispersa que comprende
un material que reacciona con el agua dando un polifosfato metáli-
co alcalino soluble en agua hidratado a una temperatura menor que
5 unos 135°C para permitir la reacción de dicho material con el agua
de dicha fase acuosa; convertir en espuma al menos una parte de di-
cha dispersión; y, estando dicha porción en estado espumoso, lle-
var a cabo en proporción importante dicha reacción, y extraer de -
10 dicha fase acuosa continua suficiente agua libre, con lo cual se -
forma un producto sólido poroso que contiene dicho polifosfato hi-
dratado metálico alcalino.

2º.- El procedimiento del punto 1, caracterizado por el he-
cho de que la dispersión se mantiene a una temperatura aproximada-
mente comprendida entre 50°C y 135°C mientras la indicada parte se
15 encuentra en estado espumoso.

3º.- El procedimiento del punto 1 o 2, caracterizado por el
hecho de que el polifosfato hidratado metálico alcalino es un tri-
polifosfato hidratado de metal alcalino.

4º.- El procedimiento del punto 3, caracterizado por el he-
cho de que el tripolifosfato hidratado metálico alcalino es el tri-
20 polifosfato de sodio hexahidrato.

5º.- El procedimiento de cualquiera de los puntos 1 a 4, ca-
racterizado por el hecho de que la dispersión contiene una propor-
ción efectiva de un agente espumante.
25

6º.- El procedimiento de cualquiera de los puntos 1 a 5, ca-
racterizado por el hecho de que el agente espumante se halla pre-
sente en la dispersión en una proporción igual a por lo menos al-
rededor de 0,1 % en peso, basada en el peso total de la disper-
30 sión.

288157



7º.- El procedimiento de cualquiera de los puntos 1 a 6, caracterizado por el hecho de que el agente espumante es un ingrediente orgánico activo como detergente.

5 8º.- El procedimiento de cualquiera de los puntos 1 a 7, caracterizado por el hecho de que el ingrediente activo detergente aniónico es un sulfato de alcohol graso.

9º.- El procedimiento de cualquiera de los puntos 1 a 8, caracterizado por el hecho de que se forma una suspensión acuosa que contiene al menos un material que reacciona con el agua a una
10 temperatura superior a unos 60°C dando tripolifosfato hexahidrato sódico; se forma una espuma de poca densidad en parte al menos de dicha suspensión; se hace reaccionar una importante proporción por lo menos de dicho material en dicha parte o porción, con parte al menos de la unidad acuosa de dicha parte mientras ésta se halla en
15 estado espumoso; y se quita de dicha espuma una cantidad de agua libre suficiente para dar lugar a que se produzca un preparado poroso, sólido, que contiene dicho tripolifosfato de hexahidrato sódico.

10º.- El procedimiento del punto 9, caracterizado por el hecho de que la cantidad total del material de la suspensión es de al menos alrededor de 10% en peso del contenido total de materia sólida en dicha suspensión.
20

11º.- El procedimiento de cualquiera de los puntos 1 a 10, caracterizado por ser el material un trimetafosfato de un metal alcalino.
25

12º.- El procedimiento del punto 11, caracterizado por ser el material el trimetafosfato sódico.

13º.- El procedimiento de cualquiera de los puntos 1 a 10, caracterizado por ser el material el tripolifosfato sódico anhidro.
30

14º.- El procedimiento del punto 13, caracterizado por el



2

hecho de que al menos un 50% en peso del tripolifosfato sódico anhidro es la modificación cristalina a elevada temperatura.

5
10
15
16º.- El procedimiento de cualquiera de los puntos 1 a 12, - caracterizado por las etapas de: formar una espuma en parte al menos de una dispersión acuosa flúida que comprende una fase dispersa que contiene trimetafosfato sódico, conteniendo dicha dispersión además al menos un 0,25% en peso de un ingrediente activo detergente orgánico, al menos alrededor de la mitad de la proporción estequiométrica de una fuerte base necesaria para convertir dicho trimetafosfato en tripolifosfato, y al menos unos 5 moles de agua por mol de dicho trimetafosfato; mantener dicha espuma a una temperatura superior a unos 80°C en tanto que se hace reaccionar una proporción importante de dicho trimetafosfato con dicha base y dicha agua formando una sal de tripolifosfato hidratada; y extraer de dicha espuma la cantidad de agua libre suficiente para dar lugar a un producto sólido y poroso que contiene una apreciable proporción de dicho tripolifosfato hidratado.

20
17º.- El procedimiento del punto 15, caracterizado por el hecho de que la suspensión contiene inicialmente al menos un 10% en peso del trimetafosfato sódico y al menos un 0,5% en peso, aproximadamente, de sulfato sódico.

25
18º.- El procedimiento del punto 15 o 16, caracterizado por el hecho de que la base fuerte es un hidróxido de metal alcalino, un carbonato de metal alcalino o un silicato de metal alcalino, - que tiene relaciones de $\text{SiO}_2/\text{M}_2\text{O}$ (donde M es un catión de metal alcalino) inferiores a alrededor de 2.

19º.- El procedimiento de cualquiera de los puntos 15 a 17, caracterizado por ser sodio el metal alcalino.

30
20º.- El procedimiento de cualquiera de los puntos 15 a 17, caracterizado por el hecho de que el metal alcalino es el potasio.



20º.- El procedimiento de cualquiera de los puntos 15 a 18, caracterizado por el hecho de que la base fuerte es el hidróxido sódico.

21º.- El procedimiento de cualquiera de los puntos 15 a 17, o 19, caracterizado por el hecho de que la base fuerte es el hidróxido potásico.

22º.- El procedimiento de cualquiera de los puntos 1 a 18 o 20, caracterizado por las etapas de: formar una dispersión fluida que tiene una fase acuosa continua y una fase dispersa que contiene trimetafosfato sódico, estando la cantidad total de dicho trimetafosfato sódico en dicha dispersión comprendida aproximadamente entre 8% y 60% en peso; ajustar la temperatura de al menos una parte de dicha dispersión a un nivel comprendido aproximadamente entre 60°C y 120°C; formar una mezcla reuniendo entre sí, con dicha parte de dispersión, una solución acuosa que contiene al menos unos 1,4 moles de hidróxido sódico por mol de dicho trimetafosfato contenido en dicha parte; dejar que el calor de conversión de dicho trimetafosfato sódico en tripolifosfato sódico vaporice una apreciable proporción del agua de dicha mezcla, a una temperatura inferior a unos 135°C; y extraer de dicha parte la cantidad de agua suficiente para dar lugar a la formación de un preparado sólido, subdividido en partículas, que contiene tripolifosfato sódico hexahidrato.

23º.- El procedimiento del punto 22, caracterizado por el hecho de que la temperatura de la parte de dispersión se mantiene por bajo de unos 120°C.

24º.- El procedimiento del punto 22 o 23, caracterizado por el hecho de que la parte de dispersión se convierte en espuma de poca densidad durante la conversión del trimetafosfato sódico en tripolifosfato sódico, dando así lugar a la formación de un pre-



parado sólido poroso que contiene tripolifosfato de sodio hexahidrato.

25º.- El procedimiento de cualquiera de los puntos precedentes, caracterizado por haber presente en la mezcla de reacción un ingrediente activo detergente orgánico aniónico.

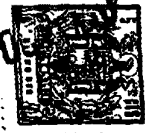
26º.- El procedimiento del punto 25, caracterizado por el hecho de que el ingrediente activo detergente orgánico aniónico es un sulfonato de alcoholbenceno soluble en agua.

27º.- El procedimiento del punto 25, caracterizado por el hecho de que el ingrediente activo detergente orgánico aniónico es un sulfato de alcoholol que contiene de 8 a 20 átomos de carbono en su cadena alcohólica.

28º.- El procedimiento del punto 27, caracterizado por el hecho de que la concentración del sulfato de alcoholol es de al menos un 0,5% en peso, basado en el peso total de la mezcla de reacción.

29º.- El procedimiento del punto 28, caracterizado por el hecho de haber presente además entre un 1% y un 30%, aproximadamente, de un sulfonato de alcoholbenceno que tiene de 12 a 30 átomos de carbono en su molécula.

30º.- Procedimiento de acuerdo con cualquiera de los puntos 1 a 29, caracterizado porque se forma una suspensión fluida que contiene desde aproximadamente 10 hasta aproximadamente 60 % en peso de trimetafosfato sódico, agua y una cantidad de una base fuerte seleccionada del grupo que consiste en hidróxidos de metales alcalinos, carbonatos de metales alcalinos y silicatos de metales alcalinos que tienen relaciones de SiO_2/M_2O (donde M es un cation de metal alcalino) inferiores a 2 aproximadamente, igual a por lo menos la cantidad estequiométrica aproximada necesaria para convertir dicho trimetafosfato en tripolifosfato; se somete di



cha suspensión a condiciones de temperatura inferior a 135°C para
permitir así que por lo menos la mitad aproximadamente de dicho -
trimetafosfato reaccione con dicha base, sin que en dicha suspen-
sión se forme una proporción sustancial de espuma; después, se --
5 forma una suspensión espumada, generando gas en dicha suspensión
a una temperatura inferior a 135°C aproximadamente, siendo el vo-
lumen total de dicha suspensión como máximo unas diez veces el vo-
lumen de dicha suspensión sin airear; y se elimina de dicha sus-
pensión espumada una cantidad de agua libre, siendo dicha canti--
10 dad suficiente para dar como resultado la formación de una compo-
sición sólida y haciéndose reaccionar por lo menos un 50% en peso
aproximadamente de dicha cantidad con tripolifosfato, para formar
tripolifosfato de metal alcalino hidratado.

31°.- El procedimiento del punto 30, caracterizado por el -
15 hecho de que el metal alcalino es el sodio.

32°.- El procedimiento del punto 31, caracterizado por el -
hecho de que la base es el hidróxido sódico.

33°.- El procedimiento de cualquiera de los puntos 30, 31 o
32, caracterizado por el hecho de que la temperatura se mantiene
20 por bajo de unos 120°C, aproximadamente.

34°.- El procedimiento de cualquiera de los puntos 30 a 33,
caracterizado por el hecho de que el volumen total de la suspen-
sión espumada está comprendido aproximadamente entre 1,5 y 5 ve-
ces dicho volumen de suspensión sin airear.

25 35°.- Procedimiento para fabricar un preparado detergente.

288157



2 OCT

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de cuarenta y siete hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

2 OCT 1963

Alberto de Elizaburu
por Poder

288157