

322.080

18 MAR



Nº. 322.080

322080

## MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de un\_a

### PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: UNILEVER N.V.

RESIDENCIA: Museumpark 1, ROTTERDAM, HOLANDA

ENUNCIADO: " UN METODO PARA LA PRODUCCION DE UNA  
COMPOSICION DETERGENTE DE BAJA PRODUC-  
CION DE ESPUMA".

Prioridad: Patente británica n. 2962/65 del 22.1.1965

R/G.

322080

18



1 La presente invención se refiere a composiciones  
detergentes de baja producción de espuma ó, por lo menos,  
de formación de espuma reducida, con capacidad jabonosa re-  
gulada.

5 Es cosa conocida en la industria de los detergentes  
que en muchos casos resulta indeseable una alta producción  
de espuma, por ejemplo cuando se utiliza una composición  
detergente en las máquinas de lavar automáticas. Se han des-  
arrollado diversas composiciones detergentes de las denomina-  
10 das " de baja espuma" en las que se han incorporado sustan-  
cias que ejercen una acción reductora en la formación de es-  
puma.

Por otra parte, se ha convertido en práctica común  
el incluir estabilizadores de espuma en las composiciones de  
15 tergentes para mejorar la persistencia y la estabilidad de  
la espuma producida por agitación de los licores del lavado.  
Los compuestos hasta hoy conocidos que operan como estabili-  
zadores de espuma en los sistemas detergentes se basan en  
grupos funcionales estabilizadores de espuma bien conocidos,  
20 tales como los grupos amida, alcohólicos e hidróxilo-fenóli-  
cos. Son ejemplos de estabilizadores de espuma los alcoholes  
grasos, las alquiloamidas de ácidos grasos, la p-hidroxilau-  
rofenona y los aductos de óxido de alquileo con una cadena  
corta de poliglicol tales como el nonilfenol/4 E.O. Estos es-  
25 tabilizadores de espuma no producen ninguna cantidad impor-  
tante de espuma por sí mismos, pero influyen en el sistema  
de tal modo que se hace menos sensible a la suciedad, con lo  
que disminuye la acción depresiva sobre la espuma ejercida  
por la suciedad en un licor de lavado-

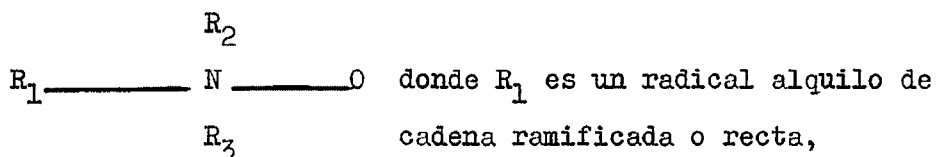
30 Se ha descubierto ahora que cuando se utilizan uno

322080



1 ó más de tales estabilizadores de espuma con uno ó más óxi-  
 dos de amina terciaria, se obtiene una composición detergen-  
 te que no solo ofrece una gran estabilidad sobre la espuma,  
 sino también una baja capacidad de producción de espuma ó,  
 5 al menos, una capacidad menor, es decir una espumación regula-  
 da. Es esto de lo más sorprendente, ya que los óxidos de ami-  
 na terciaria, ejemplos de los cuales daremos más lejos, tie-  
 nen una alta producción de espuma, razón por la cual hubiera  
 podido esperarse que, al utilizar un óxido de amina terciaria  
 10 junto con un estabilizador de espuma, se obtendría un alto  
 nivel de espuma estabilizado. Sin embargo, las composiciones  
 realizadas según la presente invención dan un nivel de espu-  
 ma apreciablemente más bajo que el de los óxidos de amina  
 terciaria solos.

15 Los óxidos de amina terciaria conforme a esta in-  
 vención son ya conocidos en la industria anterior, y están  
 representados por la fórmula estructural siguiente:



20 que contiene de 10 a 18 átomos de carbono, y  $R_2$  y  $R_3$  son ra-  
 dicales alquilo inferior. Son ejemplos de estos amino-óxidos  
 los óxidos de lauril-, miristil-, estearil-dimetilamina. Pue-  
 den igualmente utilizarse dentro de la presente invención  
 25 mezclas de cualesquiera de estos compuestos.

Son estabilizadores de espuma adecuados conforme  
 a la presente invención aquellos basados en los grupos fun-  
 cionales estabilizadores de espuma bien conocidos, tales co-  
 mo los grupos amida, alcohólicos e hidróxilo-fenólicos. Son  
 30 ejemplos de estos las alquilolamidas grasas, los alcoholes

322080

18



1 grasos, la p-hidroxilaurofenona y el monilfenol/4 E.O. Son  
especialmente apropiadas las alquilolamidas de ácidos grasos,  
tales como las mono- y di-etanolamidas de ácido graso de  
nuez de coco, la monoetanolamida de ácido graso de sebo, etc.  
5 Pueden también emplearse mezclas de cualesquiera de estos es-  
tabilizadores de espuma. Las proporciones para el detergente  
orgánico y el estabilizador de espuma son de 25:1 a 1:2. Los  
amino óxidos no están incluidos en el término " estabilizado-  
res de espuma".

10 Las composiciones detergentes según la presente  
invención ofrecen sus características de formación regulada  
de espuma en una amplia escala de temperaturas, a saber: de  
20 a 90°C, mientras que la dureza del agua no influye sobre  
la estabilidad de espuma; la espuma producida es de textura  
15 fina. Poseen también excelentes características de detergen-  
cia y resultan suaves en su acción sobre la piel. Puede com-  
binarse la composición con otros constituyentes y puede, na-  
turalmente, contener todos los constituyentes usuales desea-  
bles en una composición detergente completa, tales como fos-  
20 fatos, silicatos, agentes de blanqueo, perfumes, agentes sus-  
pensores de impurezas, etc.

Pueden prepararse en cualquier forma física que  
se desee, tales como polvos, pastas, líquidos y sólidos y  
pueden utilizarse como composiciones para el lavado de vaji-  
25 llas, composiciones detergentes de rendimiento ligero o de  
rendimiento máximo, limpiadores de superficies duras y pol-  
vos de desengrase. Ilustraremos la presente invención con  
los siguientes ejemplos:

EJEMPLO 1

30

De una solución que contenía por litro:

322080 18



1 2,83 g. de un óxido de cetildimetilamina comercial conocido bajo el nombre industrial de Ammonyx Co (correspondiente a 1 g. de óxido de cetildimetilamina como sustancia seca)

5 2 g. de tripolifosfato sódico,  
se determinó la altura de la espuma en presencia de diferentes cantidades de suciedad, mediante la prueba de Ross-Miles a 45°C, siendo la dureza del agua de 15° DH (esto es, dureza alemana). Se compararon estas alturas de espuma con las  
10 alturas de espuma de unas soluciones que contenían, por litro:

- 1 g. de óxido de cetildimetilamina (sustancia seca como se indica más arriba)
- 2 g. de tripolifosfato de sodio, y
- 15 0,15 g., 0,25 g. y 0,5g. respectivamente de monoestanolamida de nuez de coco (CEA)

Los resultados obtenidos aparecen en la siguiente tabla:

<u>Impurezas (grasa) g/l</u>	<u>Alturas de espuma en cm.</u>			
	<u>0</u>	<u>0,15</u>	<u>0,25</u>	<u>0,50</u>
0	12,5	4,5	4,0	3,0
1	10,0	4,0	4,0	3,0
2	7,0	4,0	4,0	3,0
3	4,5	4,0	4,0	3,0

25 Estos resultados demuestran claramente que la adición de CEA reduce en gran manera el nivel de espuma y simultáneamente mejora la estabilidad de la misma, esto es, la resistencia de la suciedad o impurezas a la acción reductora de espuma.

30 EJEMPLO 2

322080 187



1 Para comprobar la insensibilidad de las composicio  
 nes correspondientes a la invención a la dureza del agua, se  
 determinaron mediante la prueba Ross-Miles, a 45°C en agua  
 de 0º DH y 15º DH, las alturas de espuma de 1 litro de solu-  
 5 ción acuosa de una mezcla compuesta por 1 g. de un óxido de  
 tridecildimetilamina comercial, conocido bajo el nombre indus-  
 trial de Noxamine C50 (correspondiente a 0,77 g. de óxido de  
 cetildimetil-amina como sustancia seca) y 2g. de tripolifosfa-  
 to de sodio con y sin 0,15 g. de monoetanolamida de nuez de  
 10 coa. Se obtuvieron los resultados siguientes:

<u>Impurezas (grasa) g/l</u>	<u>Alturas de espuma en cm. en agua de 0º DH</u>	
	<u>CEA añadida en g/l</u>	
	<u>0</u>	<u>0,15</u>
0	15,0	9,0
1	13,0	9,0
2	10,0	9,0
3	9,0	9,0

<u>Impurezas g/l</u>	<u>Alturas de espuma en cm. en agua de 15º DH</u>	
	<u>CEA añadida en g/l</u>	
	<u>0</u>	<u>0,15</u>
0	15	8,5
1	12	8,5
2	9	8,5
25 3	9	8,5

Muestra claramente este ejemplo la insensibilidad de la com-  
 posición según la presente invención a la dureza del agua en  
 lo que respecta a la estabilidad y a la reducción de nivel  
 de espuma.

322080

18



1 Se prepararon tres composiciones, cada una de las cuales contenía 2 g/l de tripolifosfato sódico (STPP) y 1 g/l. de un óxido de amina comercial diferente: óxido de lauril-, miristil- y cetildimetilamina, conocidos respectivamente bajo los nombres industriales de Ammonyx LO, MO y CO. Se determinó la altura de espuma de cada una de estas combinaciones mediante la prueba de Ross-Miles a 45°C y 15° DH de dureza de agua, con 0 y 1 g. de impurezas por litro. Se compararon estos valores con los obtenidos con los mismos sistemas a los que se añadió 0,15 g. de monoetanolamida de nuez de cocco. Se obtuvieron los siguientes resultados:

Altura de espuma de una solución que contenía 1 g/l de Ammonyx LO, correspondiente a 0,34 g. de óxido de laurildimetilamina como sustancia seca y 2 g/l de STPP+

<u>Impurezas g/l</u>	<u>GEA en g/l</u>	
	<u>0</u>	<u>0,15</u>
0	15,0	6,0
1	9,0	9,0

1 g/l de Ammonyx MO, correspondiente a 0,32 g. de óxido de miristildimetilamina como sustancia seca + 2 g/l STPP +

<u>Impurezas g/l</u>	<u>GEA en g/l</u>	
	<u>0</u>	<u>0,15</u>
0	15,0	4,5
1	5,0	4,5

1 g/l de Ammonyx CO, correspondiente a 0,35 g. de óxido de cetildimetilamina como sustancia seca + 2 g/l STPP +

<u>Impurezas g/l</u>	<u>GEA en g/l</u>	
	<u>0</u>	<u>0,15</u>
0	8,5	2,0
1	5,0	2,0

322080<sup>18</sup>



1 Estos resultados indican claramente una reducción en el nivel de espuma y una gran estabilidad de la espuma en lo que se refiere a las composiciones objeto del invento.

EJEMPLO 4

5 Se repitió el ejemplo 3 utilizando diferentes estabilizadores de espuma, a saber: monoetanolamida láurica (LEA), monoetanolamida de sebo (TEA) y dietanolamida de nuez de coco (CDEA). Se obtuvieron los siguientes resultados:

1 g/l de Ammonyx 10 como en el ejemplo 3 + 2 g. de STPP +

10

<u>LEA g/l</u>		<u>TEA g/l</u>		<u>CDEA g/l</u>	
0	0,15	0	0,15	0	0,15
altura de espuma en cm.					
15,0	7,0	15,0	12,0	15,0	6,5

con Ammonyx MO como en el ejemplo 3

15

<u>LEA g/l</u>		<u>TEA g/l</u>		<u>CDEA g/l</u>	
0	0,15	0	0,15	0	0,15
altura de espuma en cm.					
15,0	4,5	15,0	8,5	15,0	5,5

con Ammonyx CO (como en el ejemplo 3)

20

<u>LEA g/l</u>		<u>TEA g/l</u>		<u>CDEA g/l</u>	
0	0,15	0	0,15	0	0,15
altura de espuma en cm.					
7,5	2,5	7,5	3	7,5	2,5

25 Estos resultados muestran claramente la reducción de espuma mediante la adición de diferentes estabilizadores de espuma.

Ejemplo 5

30 Se comparó la altura de espuma de una composición que

322080



1 contenía 2, 83 g/l de Ammonyx CO, correspondiente a 1 g/l de  
 óxido de cetildimetilamina como sustancia seca y 2 g/l de  
 STPP con la de la misma composición a la que se había añadi-  
 do 0,15 g/l de nonilfenol condensado con 4 moles de óxido de  
 5 etileno. Se obtuvieron los resultados siguientes:

<u>Impurezas g/l</u>	<u>Nonilfenol/4 E.O. g/l</u>	
	<u>0</u>	<u>0,15</u>
0	12,5	6,0
1	10,0	5,5
10 3	4,0	6,0

Este ejemplo demuestra que se mantienen la estabilidad de espuma y la reducción de la misma con la adición de - - nonilfenol/4 E.O.

EJEMPLO 6

15 Se determinó la capacidad de producción de espuma en un aparato dinámico Wyandotte medidor de la misma (según descrito en "Soap and Chemical Specialties", abril de 1.961, páginas 55.57, 104), de composiciones que contenían 2,83 g/l de Ammonyx CO corr. a 1 g. de óxido de cetildimetil-amina como sustancia seca ó 3,21 g. de Ammonyx SO corr. a 1 g. de óxido de estearil-dimetil-amina como sustancia seca, y 2 g/l de STPP con y sin 0,25 g/l de CEA.

20 Se utilizaron 200 ml/min. de solución (dureza del agua 15º DH). El tiempo de calentamiento fue de 34 min. se obtuvieron los siguientes resultados:

<u>Oxido de cetildimetilamina +</u>	<u>CEA g/l</u>	
	<u>0</u>	<u>0,25</u>
Temperatura: 25 altura de espuma en mm:	30	40
30	35	45
30 40	150	55



322080

1	<u>Oxido de cetildimetilamina +</u>	<u>CEA g/l</u>	
		<u>0</u>	<u>0,25</u>
	Temperatura: 50 altura de espuma en mm:	300	50
	60	470	50
5	70	585	50
	80	>700	60
	90	>700	120

10	<u>Oxido de estearildimetilamina +</u>	<u>CEA g/l</u>	
		<u>0</u>	<u>0,15</u>
	Temperatura: 25 altura de espuma en mm:	35	60
	30	40	60
	40	40	50
	50	40	20
	60	145	25
15	70	260	50
	80	350	120
	90	380	310

20 Estos resultados indican la estabilidad de la espuma y lo reducido de la misma en una amplia gama de temperaturas con las composiciones objeto de esta invención.

EJEMPLO 7

25 Se comparó la altura de espuma de una composición que contenía 3,33 g/l de un óxido de alquildimetil-amina con un radical alquilo ramificado (conocido bajo el nombre de código de CWA 40-29, de la Unión Carbide Cy.), correspondiente a 1 g. de óxido de alquildimetil-amina como sustancia seca, y 2 g/l de STPP, con la misma composición a la que se había añadido 0,25 g/l de CEA.

322080 18



1	<u>Impurezas g/l</u>	<u>CEA g/l</u>	
		<u>0</u>	<u>0,25</u>
	0	18,5	14,0
	1	15,0	12,5
5	3	12,5	13,0

EJEMPLO 8

Se comparó la altura de espuma de una composición que contenía 1 g/l de una mezcla de 0,5 g. de óxido de miristil-dimetil-amina como sustancia seca (obtenida a partir de 1,57 g. de Ammonyx NO comercial), 0,5 g. de óxido de estearildimetil-amina como sustancia seca, (obtenida a partir de 1,5 g. de Ammonyx SO comercial), y 2 g/l de STPP, con la altura de espuma de la misma composición, a la que se había añadido 0,25 ó 0,5 g/l de una mezcla de monoetanolamida de nuez de coco y monoetanolamida de sebo (proporción 1:1).

10	<u>Impurezas g/l</u>	<u>CEA + TEA g/l</u>	
		<u>0</u>	<u>0,25</u> <u>0,5</u>
	0	14,5	5,0    4,0
	1	9,0	5,0    4,0
20	3	6,0	4,0    4,0

EJEMPLO 9

Se comparó la altura de espuma de una composición que contenía 2,83 g. de Ammonyx Co como en el ejemplo 1,2 g/l de STPP y 0,25 g/l de alcohol de cetilo, con la misma composición exenta del alcohol de cetilo.

25	<u>Impurezas g/l</u>	<u>Alcohol de cetilo</u>	
		<u>0</u>	<u>0,25</u>
	0	12,5	4,0
	1	10	3,5
30	3	4,5	3,5

322080

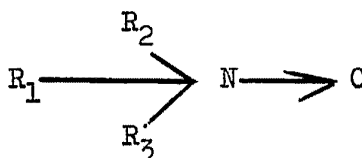
18 MAY



1 En resumen, la Patente de Invención que se solicita  
recaerá sobre las siguientes:

-REIVINDICACIONES-

5 1. Un método para la producción de una composición  
detergente de baja producción de espuma con capacidad regu-  
lada de formación de la misma, que comprende mezclar por lo  
menos un óxido de amina terciaria de la fórmula siguiente:



10

donde  $R_1$  es un radical alquilo de cadena ramificada o recta  
que contiene de 10 a 18 átomos de carbono, y  $R_2$  y  $R_3$  son ca-  
da una radicales alquilo inferior que contiene de 1 a 3 áto-  
mos de carbono,

15

con por lo menos un agente estabilizador de espuma, siendo la  
proporción en peso de óxido de amina a agente estabilizador  
de espuma de 25:1 a 1:2.

20

2.Un método , según la reivindicación 1, en donde se  
emplea como agente estabilizador de espuma una o más mono-y/o  
dialquilolamidas de ácidos grasos.

3.Un método, según la reivindicación 1, en donde se  
emplea como agente estabilizador de espuma uno o más alco-  
holes grasos.

25

4.Un método según la reivindicación 1, en donde se  
emplea como agente estabilizador de espuma uno o más aductos  
de óxido de alquilenos con cadena de poliglicol corta.

30

5. Se reivindica por último como objeto sobre el que  
ha de recaer la Patente de Invención que se solicita: " UN  
METODO PARA LA PRODUCCION DE UNA COMPOSICION DETERGENTE DE  
BAJA PRODUCCION DE ESPUMA".

