

Span. 3008

326905



326905

P A T E N T E
D E
I N V E N C I O N

por "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE AGENTES LIQUIDOS DE ENJUAGUE, LAVADO Y LIMPIEZA", a favor de la firma alemana HENKEL & CIE GmbH, residente en Henkelstr. 67 DUSSELDORF-HOLTHAUSEN (Alemania).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Los detergentes líquidos tienen, respecto a los preparados en polvo, diversas ventajas, que consisten, entre otros aspectos, en que se ahorra una operación de secado durante la preparación, en la mayor facilidad de dosificación y en una distribución más rápida y mejor de los agentes en el baño de lavado y limpieza. No obstante, los esfuerzos realizados hasta ahora para preparar soluciones líquidas sumamente concentradas no habían conducido todavía a resultados satisfactorios, porque durante el almacenamiento de los concentrados solían presentar enturbiamientos,

5.

10.



precipitaciones y separaciones de fases. Aparecían sobre todo procesos irreversibles de descomposición de la mezcla cuando los concentrados líquidos se almacenaban temporalmente a temperaturas del orden del punto de congelación. Ni siquiera el empleo simultáneo de solubilizantes, disolventes orgánicos y similares había traído hasta ahora ninguna solución satisfactoria del problema.

- Dichos inconvenientes se evitan por medio del invento aquí expuesto, que descubre un agente líquido de enjuague, lavado y limpieza en forma de una solución acuosa, resistente al frío, que se caracteriza por un contenido de:
5. a) 3 a 25% en peso de una mezcla de sulfonatos de actividad detergente, constituida por 40 a 99% de la sal soluble en agua de un sulfonato de alquilo (de preferencia, de cadena recta), con 8 a 24 átomos de carbono en la molécula, y
 10. 10 a 60% de la sal soluble en agua de un éster de ácido alfa-sulfosebácico, que se deriva de ácidos grasos saturados, sulfonados en posición alfa respecto al grupo carboxílico y
 15. provistos de 10 a 20 átomos de carbono en la molécula, y
 20. de alcoholes alifáticos monovalentes con 1 a 6 átomos de carbono en la molécula, esterificados con dichos ácidos grasos,
 - b) 5 a 40% en peso de un pirofosfato potásico neutro o de una mezcla de pirofosfato ^{potásico}/neutro y pirofosfato potásico ácido.
 25. c) hasta 15% en peso de sustancias hidrotropas, como las sales alcalinas de sulfonatos de tolueno o xileno, en cuyo caso el contenido de materia sólida de la solución

326905



no debe sobrepasar del 60% en peso. De preferencia, el contenido de sulfonatos de actividad detergente debe ser de 5 a 20% en peso; el de pirofosfatos potásicos neutros o ácidos, de 10 a 35% en peso; y el contenido de materia sólida, en total, de 35 a 50% en peso, en todos los casos con relación al peso de la solución.

Los sulfonatos de actividad detergente utilizables según este invento se preparan según procedimientos conocidos. Los sulfonatos de alquilo, por ejemplo, se obtienen mediante sulfocloración o sulfooxidación de hidrocarburos saturados, sintéticos u obtenidos de petróleos, predominantemente hidrocarburos saturados de cadena recta, y saponificación o neutralización de los sulfocloruros o ácidos sulfónicos obtenidos. Constan predominantemente de sulfonatos secundarios y contienen a veces hasta 40% de disulfonato.

Los ésteres de ácido alfa-sulfosebácico pueden obtenerse, como se describe por ejemplo en las patentes norteamericanas 2.460.968 y 3.128.294, por sulfonación de ácidos grasos saturados con trióxido de azufre disuelto en disolventes inertes y esterificación consecutiva con alcoholes alifáticos monovalentes, o bien se preparan por sulfonación directa de los ésteres de ácido graso, formados previamente, con trióxido de azufre gaseoso, por ejemplo según las indicaciones de las patentes españolas 279.867 y 279.868. Ejemplos de ésteres de ácido alfa-sulfosebácico apropiados para utilizarlos en forma de sus sales solubles en agua son los ésteres metílico, etílico y ciclohexílico, así como los di-



- versos ésteres propílicos, butílicos, amílicos y hexílicos isómeros de los ácidos (sulfonados en posición alfa) cáprico, láurico, mirístico, palmítico, esteárico y araquico. También pueden emplearse de la manera conforme a este invento mezclas de los ésteres de ácido alfa-sulfosebáico citados antes, como por ejemplo las que pueden obtenerse de las grasas saturadas o endurecidas de origen natural. Ejemplos de tales mezclas son los ésteres alfa-sulfónicos de los ácidos grasos endurecidos de sebo, coco, aceite de palma, aceite de colza, aceite de resina o tallol y aceite de semilla de algodón.
- 5.
- 10.

- Los sulfonatos de actividad detergente se emplean de preferencia en forma de sus sales sódicas o en forma de sales de minoetanolamina, dietanolamina o trietanolamina. Las sales de las alcanolaminas se distinguen por solubilidad y resistencia al frío sumamente buenas en los concentrados acuosos.
- 15.

- Mediante la elección de las cantidades correspondientes de pirofosfato tetrapotásico y pirofosfatos potásicos ácidos, en particular dihidropirofosfato dipotásico, puede variarse dentro de ciertos límites de alcalinidad de los agentes reivindicados. En interés de una buena acción detergente, el pH de los agentes de este invento debe hallarse en el campo alcalino, de preferencia entre pH 7 y pH 10,5.
- 20.

- Además de las sustancias hidrotropas utilizables hasta el 15% (y de preferencia 5 a 10%) en las soluciones, en particular las sales alcalinas de ácidos toluensul-
- 25.



- fónicos o xilensulfónicos y de la urea, los agentes reivindicados pueden contener todavía otras materias adicionales corrientes en los detergentes, siempre que no afecten desfavorablemente a la estabilidad en almacenamiento de las soluciones concentradas. Ejemplos de tales materias adicionales
5. son los agentes tensioactivos que mejoran las propiedades espumosas, como las alcanolamidas de ácido graso, y asimismo los aclaradores ópticos, colorantes y aromatizantes y también agentes desinfectantes y protectores de la piel. La cantidad
10. de todas las materias sólidas contenidas en los agentes debe elegirse tal que no sobrepase del 60% del peso de la solución y se halle, de preferencia, entre el 35 y el 50% en peso.

- Los agentes reivindicados tienen ya a temperaturas relativamente bajas (por ejemplo, a la temperatura ambiente) gran poder detergente y se prestan para lavar géneros
15. textiles a base de fibras de celulosa, lana, seda y asimismo fibras sintéticas. Para estos últimos materiales textiles, sensibles a los álcalis fuertes, se recomienda ajustar los agentes a punto neutro hasta ligeramente alcalino, es decir,
20. a pH de 7 a 8. Los agentes de este invento pueden emplearse también con ventaja para limpiar superficies sólidas de metal, vidrio, cerámica, plásticos y también superficies barnizadas. La concentración de empleo puede variarse según la
25. finalidad. Por lo general, a un baño de limpieza o para enjuague de vajilla se añade alrededor de 0,3 a 1 g/litro del concentrado líquido, y a un baño para lavado de material tex-



til, alrededor de 2 a 6 g/litro del concentrado líquido.

- Estos agentes son soluciones límpidas, estables en el almacenamiento y que se mantienen homogéneas aún a temperaturas del orden + 5° C. Siempre que a temperaturas todavía más bajas (en particular, alrededor del punto de congelación o por debajo de él) se inicie formación de cristales o enturbiamiento, las soluciones límpidas y homogéneas se reconstituyen por completo al volverse a calentar hasta la temperatura ambiente, en ocasiones después de breve sacudimiento. Estos agentes se distinguen además por una rápida y completa desintegración biológica en las aguas residuales.
- 5.
- 10.

EJEMPLOS

=====

- En los ejemplos que siguen se emplearon dos tipos distintos de sulfonatos de alquilo de cadena recta, con grupos de sulfonato situado predominantemente en posición interna, tipos que a continuación se designaran abreviadamente AS-I y AS-II. AS-I es un sulfonato preparado por sulfooxidación de parafinas con longitud de cadena de C₁₀ a C₂₄ (longitud media de la cadena C₁₆, aproximadamente), que tiene una proporción de disulfonato de 25%. AS-II (que también se conoce con el nombre comercial de "Mersol H") es un sulfonato con longitud de cadena ^{de} C₁₄ a C₁₈ (longitud media de la cadena, C₁₆) y un contenido de disulfonato de 15% aproximadamente, obtenido por sulfocloración. El éster
- 15.
- 20.



- de ácido alfa-sulfósebáico empleado (abreviadamente: SFE) se obtuvo a partir de ácido de grasa de palmiche hidrogenado (C_{12} a C_{18}), por esterificación con metanol y sulfonación con trióxido de azufre gaseoso, según la solicitud de patente alemana H 43.358 IVb/12o. Las abreviaturas MAA, DAA y TAA significan que el sulfonato de éster está en forma de sal de monoetanolamina, dietanolamina o trietanolamina.
- 5.

EJEMPLO 1

- Se guardaron a + 5° C durante 14 días detergentes líquidos que contenían, en 1000 g de solución:
10. 110 g de sales sódicas de sulfonatos, constituidos por:
- a) 87,5 % de AS-I y 12,5% de SFE
 - b) 75,0 % de AS-I y 25,0% de SFE
 - c) 62,5 % de AS-I y 37,5% de SFE
 - d) 50,0 % de AS-I y 50,0% de SFE
15. 220 g de pirofosfato tetrapotásico
80 g de toluensulfonato sódico
20 g de dietanolamida de ácido graso de coco
20. 570 y agua;
pH 10,2

Al cabo de dicho tiempo, las muestras a, b y c eran todavía homogéneas y limpiadas; tan sólo la muestra d estaba insignificadamente enturbiada. Después de recalenta-



miento hasta 20° C, todas las muestras aparecieron en forma de soluciones límpidas y homogéneas.

EJEMPLO 2

Se repitió el ejemplo 1 reemplazando 40 g del

5. pirofosfato tetrapotásico por dihidropirofosfato dipotásico. Los preparados, utilizables como agentes neutros de limpieza o de lavado de prendas finas, presentaron un pH de 7,2. La estabilidad en almacenamiento no disminuyó a pesar de la variación del pH.

10. EJEMPLO 3

Sin alterar las demás condiciones del ejemplo

1, se reemplazó el sulfonato de alquilo del tipo AS-I por el sulfonato del tipo AS-II. La mezcla d apareció también a +5°C completamente límpida y homogénea. Únicamente se observó un

15. enturbiamiento insignificante, aparecido a + 5° C pero que se desvaneció al volver a calentar hasta 20°C, en una mezcla de sulfonato constituido por 40% de AS-II y 60% de SFE.

EJEMPLO 4

Un agente que contenía, en 1000 g de solución:

20. 110 g de sulfonatos constituidos por:

326905



- 75 % de AS-II (sal sódica)
25 % de SFE (sal TAA)
- 240 g de pirofosfato tetrapotásico.
80 g de toluensulfonato sódico
20 g de dietanolamida de ácido graso de coco
5. 550 g de agua
- no manifestó ningún enturbiamiento ni precipitación al cabo de 14 días de almacenamiento a + 5° C;

EJEMPLO 5

10. Un detergente líquido de la composición siguiente:
- 50 g de sales sódicas de sulfonatos constituidos por
60% de AS-I y 40% de SFE
15. 350 g de pirofosfato tetrapotásico
100 g de toluensulfonato sódico
500 g de agua
- después de 3 días de almacenamiento a -5° C apareció solidificado en una masa firme y no transparente, Vuelta a calentar hasta la temperatura ambiente, la mezcla formó una solución límpida y homogénea.
- 20.

EJEMPLOS 6 a 10

Los detergentes líquidos que se describen en



los ejemplos que siguen contenían, en 1000 g de solución:

110 g de sulfonatos

200 a 220 g de pirofosfato tetrapotásico

80 g de toluensulfonato sódico

5. 20 g de dietanolamida de ácido graso.

La composición de los sulfonatos y la cantidad de fosfato fueron los de la tabla que sigue a continuación (los datos porcentuales se refieren al sulfonato).

Ejemplos

	6	7	8	9	10
10. AS-II, sal sódica	50%	75%	62,5%	62,5%	50%
SFE, sal MAA	50%	-	-	37,5%	-
SFE, sal DAA	-	25%	-	-	-
SFE, sal TAA	-	-	37,5%	-	50%
15. fosfato	200 g	200 g	200 g	220 g	220 g

Las soluciones se almacenaron a -5° C durante 14 días. Con excepción de la muestra 7, que aún en estas condiciones extremas se mantuvo límpida y homogénea, las demás mezclas se enturbiaron con precipitaciones cristalinas o líquidas. El recalentamiento hasta + 20° C y breve sacudimiento volvió otra vez completamente homogéneas y límpidas las soluciones.

20.



N O T A

Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones con prioridad de la solicitud de patente alemana nº H.56 075 IVa/23e,2 del 19 de Mayo de 1965.

5. 1. Procedimiento para la obtención de agentes líquidos de enjuague, lavado y limpieza, en forma de soluciones acuosas estables en el enfriamiento, caracterizado por un contenido de:
 - a) 3 a 25% en peso de una mezcla de sulfonatos de actividad detergente, constituida en el 40 a 90% por la sal soluble en agua de un sulfonato de alquilo (de preferencia, de cadena recta), con 8 a 24 átomos de carbono en la molécula y, en el 10 a 60%, por la sal soluble en agua de un éster de ácido alfa-sulfosebácico que se deriva de ácidos grasos saturados, sulfonados en posición alfa respecto al grupo carboxílico y con 10 a 20 átomos de carbono en la molécula, y de alcoholes alifáticos monovalentes con 1 a 6 átomos de carbono en la molécula, esterificados con dichos ácidos grasos,
 - b) 5 a 40% en peso de un pirofosfato potásico neutro o de una mezcla de pirofosfato potásico neutro y pirofosfato potásico ácido.
- 10.
- 15.
- 20.

326905



- c) hasta el 15% en peso de substancias hidrotropas, como las sales alcalinas de toluensulfonatos o xilensulfonatos,
- sin que el contenido de materia seca de la solución sobrepase de 60% en peso.
- 5.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por comprender el agente un contenido de 5 a 20% en peso de sulfonatos solubles en agua y 10 a 35% en peso de pirofosfato potásico.
- 10.
3. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado por comprender los agentes un contenido de materia sólida de 35 a 50% en peso en la solución.
4. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por hallarse los agentes en forma de sus sales sódicas los sulfonatos de actividad detergente.
- 15.
5. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por hallarse los agentes en forma de sus sales monoetanol-aminicas, dietanolaminicas o trietanolaminicas los sulfonatos de actividad detergente.
- 20.
6. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 5, caracterizados por presentar los agentes un pH de 7 a 10,5.
7. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado por presentar los agentes un pH de 7 a 8.
8. Procedimiento para la obtención de agentes líquidos

326905⁸ MA



de enjuague, lavado y limpieza.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de trece hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara, acompañadas de la documentación reglamentaria.

5.

Madrid, a 18 MAYO 1966

p.a.

JAIIME ISERN
D. D.

Firmado por LOIS RUIZ GARCIA