

P.- 32.400

U.S. Patents Applications
469.144, 529.151, 509.803
y 529.087



30 SEP

328199

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud

d e

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

formulada el 21 de Junio de 1966, con el nº 328.199

e n

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de COLGATE-PALMOLIVE COMPANY, entidad norteamericana, establecida en 300 Park Avenue, Nueva York, N.Y., Estados Unidos de América, por:

" UN PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE COMPOSICIONES DETERGENTES MEJORADAS "

La presente invención se refiere a un proceso y aparato adaptado para la fabricación continua de una barra de lavar que comprende una cantidad menor de un detergente sintético aniónico y una cantidad mayor de una sal inorgánica soluble en agua mejoradora de detergencia, y a los productos resultantes.

De acuerdo con un aspecto de esta invención se ha descubierto que alimentando continuamente la sal inorgánica

**POOR
QUALITY**

328199

30 SEP.



mejoradora de detergencia y una forma ácida del detergente
sintético a una zona de cizallamiento intensivo, en presen-
cia de un agente neutralizante para el ácido, la reacción
de neutralización es rápida y se produce continuamente un
5 detergente mejorado coherente, deformable y plástico que
puede ser extruido y que es apropiado para ser formado en
barras detergentes de alta calidad. En una forma preferida
de la invención la neutralización es efectuada en un solo
paso y el tiempo de residencia o permanencia en la zona de
10 cizallamiento intensivo es muy corto, es decir, bastante
menos de 10 minutos y preferiblemente menos que 2 minutos;
un tiempo de residencia de 1/2 minutos ha dado resultados
excelentes. Este corto tiempo de residencia a su vez hace
posible el producir grandes cantidades por día del mate-
15 rial formador de barra de detergente mejorado, usando un
equipo relativamente pequeño.

En una de las realizaciones preferidas de la inven-
ción, la mezcla de detergente y sal mejorada de detergen-
cia es descargada desde la zona de cizallamiento intensivo
20 extruyendo la mezcla como una masa con forma de un grueso
limitado, es decir, en una forma semejante a tallarines
o filamentos. La superficie del material extruido es usual-
mente relativamente lisa y las formas extruidas tienden a
adnerirse si se presionan entre sí. Cuando tales formas de
25 superficie lisa son alimentadas directamente a un extrusor
formador de barra de un solo tornillo sin fin se puede tro-
pezar con dificultades a no ser que se tenga una atención
especial y se utilice labor adicional para forzar continua-
mente el material dentro del extrusor para así traerlo en
30 un contacto firme con el tornillo sin fin usual del batidor



y así prevenir el bloqueo de la entrada del batidor. Se ha encontrado, sin embargo, que la operación de alimentar el extrusor puede ser grandemente facilitada endureciendo las superficies de las masas discretamente moldeadas que han sido extruidas de la zona de cizallamiento intensivo. Esto puede hacerse convenientemente pasando estas masas moldeadas, mientras son mantenidas en una forma discreta, a través de una zona de enfriamiento, como es el pasar los tallarines extruidos a una correa transportadora mientras se les mantiene en una condición de desunión y moviendo la correa a través de una zona en donde una corriente de aire frío es expelida sobre la superficie de los tallarines. Cuando la mezcla contiene una sal hidratable mejoradora de detergencia, tal como el tripolifosfato de sodio no hidratado se cree que parte del endurecimiento de la superficie durante su exposición a la zona de enfriamiento puede ser atribuido a la reacción de hidratación de la sal mejoradora de detergencia con el agua que se ha formado en, o ha sido alimentada a, la zona de cizallamiento intensivo. Sea lo que fuere, las masas moldeadas con la superficie endurecida son alimentadas fácilmente al batidor y cualquier tendencia a una unión para formar una gran masa que bloquee la entrada al extrusor es reducida o eliminada y así la operación de alimentación del extrusor no requiere atención especial o labor adicional. El espesor de las masas moldeadas extruidas está ventajosamente bastante por debajo de unos 25 mm, preferiblemente por debajo de 13 mm, es decir alrededor de 0'8 mm a 6'5 mm.

La alimentación al extrusor también puede ser facilitada usando un tipo de extrusor de doble tornillo sin fin

328 199



en que hay dos tornillos sin fin que rotan en forma contraria montados lado a lado en una sola caja y en el que ambos tornillos sin fin se aplican simultáneamente al material que está siendo extruido.

En una forma preferida de la invención el material es cizallado en una zona alargada en donde el material es pasado entre superficies cizalladoras que se mueven relativamente, por lo menos una de las cuales incluye una superficie movable inclinada rotativa la cual impulsa a la mezcla hacia el extremo de la zona de descarga, siendo la distancia entre las superficies cizalladoras que se mueven relativamente menor que 5 mm. (es decir, alrededor de 3'2mm o menos; por ejemplo alrededor de 0'5 - 1'5 mm) y siendo la velocidad de su movimiento relativo de alrededor de por lo menos 0'30 mm. por segundo, siendo la velocidad rotativa de la superficie movable de por lo menos 20 rpm. El valor del consumo de C.V. energía de cizallamiento medido por el consumo en C.V. al freno del aparato de cizallamiento, es ventajosamente de por lo menos 0'11 C.V. por kg del material que se está tratando en el aparato. C.V. al freno es, como bien se conoce, la diferencia entre los C.V. indicados cuando la maquinaria está operando como un aparato de cizallar y los C.V. medidos cuando no hay carga (o fricción) cuando la máquina es operada en vacío, a la misma velocidad.

En otro aspecto de esta invención, que se describirá más completamente abajo, la mezcla intensivamente cizallada del detergente y la sal mejoradora de detergencia es extraída para formar una barra (sin formar los cordones o hebras en forma de tallarines y después batiendolas), siendo mantenida continuamente la mezcla fluida en una condición

328 199



mejoradora de detergencia es descargada continuamente.

En una realización altamente ventajosa y preferida, esta mezcla plástica fluida conteniendo gas es extruida directamente como una barra a través de una abertura de extrusión de un tamaño apropiado (suficientemente grande para formar la barra), siendo mantenida la mezcla plástica fluida continuamente en una condición fluida calentada y continuamente bajo fuerzas de cizallamiento desde el momento de su formación hasta su paso a través de la abertura de extrusión. La presión mecánica aplicada usada para la extrusión es ventajosamente y comparativamente baja (es decir, bastante menor de unos 7 kg/cm² manón). Ventajosamente el tiempo de permanencia del material en su travesía desde la zona de cizallamiento intensivo a la abertura de extrusión es muy corto (es decir, bastante menos de 2 minutos y preferiblemente menos de 1 minuto); el tiempo total de permanencia desde el contacto inicial del sólido y el líquido hasta la extrusión es también ventajosamente muy corto, generalmente bastante menos de diez minutos, y preferiblemente menos de 5 minutos.

Se pueden producir barras de lavar individuales del material calentado poroso que se ha extruido endureciendo la barra que se ha extruido (por ejemplo enfriandola hasta la temperatura ambiente) y después cortándola a un tamaño deseado. El cortado puede efectuarse antes del endurecimiento.

Utilizando el proceso de este aspecto de la invención se han formado continuamente a altos niveles de producción barras con una textura uniforme, con gravedades específicas bastante menores de 1.5, es decir del orden de 1.1 - 1.4,



fluída calentada y continuamente bajo las fuerzas de cizallamiento desde el momento de su formación hasta que pasa a través de la abertura de extrusión.

Ordinariamente las barras detergentes para lavar han sido, debido a su alto contenido de sales mejoradoras de detergencia, bastante densas, teniendo típicamente una densidad de alrededor de 1.57 si se compara con la densidad de alrededor de 1 de una barra de jabón de lavar típica. Barras de detergentes de lavar con el mismo peso que las barras de jabón de lavar ordinarias, han sido, por lo tanto, de un tamaño considerablemente más pequeño, presentando un área de superficie correspondientemente más pequeña para los propósitos de lavado.

De acuerdo con otro aspecto de esta invención, se ha desarrollado un proceso para hacer barras de detergentes de lavar con una densidad substancialmente más baja, a pesar del hecho de que las barras contienen una gran cantidad de sal mejoradora de detergencia, bastante en exceso de la cantidad de detergente aniónico sintético. Una mezcla del detergente, dicho exceso de sal inorgánica y agua son pasados continuamente en un estado plástico, a través de una zona de cizallamiento intensivo en presencia de un gas para dispersar el gas por la mezcla plástica que está pasando por dicha zona. Preferiblemente esta mezcla se forma alimentando la sal mejoradora de detergencia finamente dividida continuamente a una zona en donde se forma continuamente una mezcla de sal, detergente y agua; un agua es continuamente dispersado dentro del material que está siendo intensivamente cizallado, y una mezcla íntima plástica calentada, de dicho detergente, dicho gas y dicha sal

328 1994



5 y con poros microscópicos invisibles a simple vista distribuidos por todo el espesor y anchura de la barra, sin necesidad de tener que usar un equipo pesado y caro y sin el gasto de una gran cantidad de energía para la operación de extrusión.

10 En una de las realizaciones de esta invención se utiliza un aparato de mezclar de ejes gemelos, del tipo de paleta, el cual es preferible que sea modificado para permitir que pueda ser usado en un mezclado y cizallamiento continuos. En una forma del aparato modificado hay un pasadizo para la descarga de la barra dispuesto de tal manera que la mezcla es extruida en una dirección transversal a los ejes gemelos del aparato, preferiblemente transversal al plano central entre los ejes. En otra forma el material
15 es extruido en una dirección paralela a dicho plano central. En cualquiera de los dos casos se ha encontrado que proveyendo un pasadizo de descarga para la barra, que está desviado con respecto al plano central entre los ejes gemelos, es posible producir materiales extruidos de sección transversal más suave y grano más compacto y una estructura de grano más uniforme a través del ancho de la barra extruida y hacer productos buenos a altos niveles de producción.
20 Es lo más preferido que la abertura de descarga este adyacente al lado del aparato en donde el movimiento de las puntas de las paletas de mezclado y cizallamiento tiene una componente generalmente hacia arriba en vez de hacia abajo. Se ha encontrado, sorprendentemente, que las mejores barras extruidas son obtenidas cuando la abertura de descarga está localizada en ese lado.

25 Ciertas realizaciones de esta invención son ilus-



tradas en los dibujos adjuntos en donde:

La figura 1 ilustra el proceso completo usado en una de las realizaciones de esta invención.

La figura 2 es una vista en planta de un aparato de cizallamiento intensivo tomada a lo largo de la línea 2-2 de la figura 1.

La figura 3 es una vista en sección transversal del aparato de cizallamiento intensivo tomada a lo largo de la línea 3-3 de la figura 2.

La figura 4 es una vista mostrando la relación entre los brazos rotativos, el yunque y el rotor en el aparato de cizallamiento intensivo.

La figura 5 es una vista de una forma preferida de los tallarines extruidos que han sido descargados desde la zona de tratamiento intensivo, dibujada a escala, con la escala indicada en la figura.

La figura 6 es una vista de una forma menos preferida de los tallarines extruidos, dibujada a la misma escala que la figura 5.

La figura 7 es una vista de una forma todavía menos preferida del material extruido, cuya forma es de una masa relativamente pequeña de la composición de detergente y sal mejoradora, neutralizada, plástica y mezclada, mostrada a la misma escala de las figura 6 y 7.

La figura 8 ilustra el proceso completo usado en otra de realización de la invención.

La figura 9 es una vista en planta de una forma del aparato de cizallamiento intensivo y de extrusión usado en esta realización, con porciones en sección transversal.

Las figuras 10-13 son vistas desde el extremo mostran-

328 199 305



do posiciones sucesivas de las paletas usadas para el mezclado y cizallamiento intensivo en el aparato de la figura 9.

La figura 14 es una vista desde el extremo de un tipo de paleta que también actúa para hacer avanzar el material a lo largo del aparato.

La figura 15 es una vista desde arriba de la sección de la punta de la paleta de la figura 14.

La figura 16 es una vista desde el extremo mostrando una disposición de las paletas.

La figura 17 es una vista lateral, con partes en sección transversal, mostrando una disposición en el extremo de descarga del aparato de la realización ilustrada en la figura 8.

La figura 18 es una vista desde el extremo de una pared final mostrada en la figura 17, mirando aguas abajo.

La figura 19 es una vista desde arriba, con partes en sección transversal, mostrando otra disposición de extrusión del aparato de la realización ilustrada en la figura 8.

La figura 20 es una vista desde el extremo de la pared final mostrada en la figura 19.

La figura 21 es una vista lateral, parcialmente en sección, mostrando la placa final de la figura 20 en posición en una de las extremidades de la caja del aparato.

La figura 22 es una vista similar a la figura 16 pero mostrando la posición de un tubo de descarga lateral.

Volviendo ahora a la figura 1, una mezcla seca de sales inorgánicas en polvo conteniendo un agente de neutralización sólido es alimentada desde un depósito 1 a través



de un dispositivo alimentador y medidor de flujo 3 a un embudo o tolva 5 de un aparato de cizallamiento intensivo 7 el cual se describirá en detalle abajo. Una mezcla líquida de ácido detergente y color es inyectada continuamente por una lumbrera de entrada 9 del aparato de cizallamiento intensivo 7, la cual es suministrada de un tanque o depósito 11 por medio de una bomba dosificadora 13. La reacción de neutralización que ocurre en la zona de cizallamiento intensivo así como el trabajo de cizallamiento en sí generan calor. La mezcla formadora de barra substancialmente neutralizada es descargada continuamente en una condición calentada desde el aparato de cizallamiento intensivo, a través de su placa de extrusión con abertura 15, en la forma de hebras y cordones discretos generalmente cilíndricos semejando tallarines 17, los cuales son continuamente depositados en una correa transportadora sin fin que se mueve continuamente 19 la cual sirve como una zona de enfriamiento y endurecimiento. Para ayudar a enfriar, una corriente de aire (es decir, a la temperatura ambiente) es soplada sobre las hebras 17 en la correa transportadora, por medio de un ventilador apropiado 21; ventajosamente la correa está perforada para poner substancialmente a todas las superficies de las hebras en relación directa de enfriamiento con el aire .

La correa transporta las hebras 17 continuamente a la entrada 23 de un extrusor 25, del tipo usual de extrusor de tornillo, en donde las hebras son constantemente conglomeradas y extruidas por la acción del tornillo rotativo impulsado 27 a través de la hilera 29 cuya abertura tiene substancialmente la misma forma, usualmente rectan-

328 199



gular, que la sección transversal de la barra deseada.
El material extruido continuamente 31 es entonces subdividido en barras individuales, por medio de un cortador apropiado indicado generalmente por 33, después de lo
5 cual las barras individuales pueden ser estampadas, si se desea, con marcas discriminatorias o en otras formas.

El dispositivo de cizallamiento intensivo 7 de la realización ilustrada comprende una cámara generalmente cilíndrica 35 preferiblemente rodeada de una camisa de
10 enfriamiento indicada generalmente por 37 y teniendo las aberturas usuales de entrada y salida para la circulación de fluido de enfriamiento, tal como agua fría. Dentro de la cámara 35 hay un rotor 39 que se extiende a todo lo largo del dispositivo, estando una extremidad del rotor
15 pivotada externamente y conectada al motor de propulsión 41 (figura 1) y el extremo opuesto, el cual (en la realización ilustrada) termina dentro de la placa de extrusión perforada, estando libre o soportado por un soporte de brazos radiales. Montado sobre el rotor 39 justamente
20 debajo del embudo hay un tornillo alimentador 43 que sirve para llevar al material en polvo dentro de una zona de cizallamiento intensivo, indicada generalmente por 45, en cuya extremidad de entrada hace contacto inicial con el material líquido.

25 En la zona 45 hay brazos rotativos 51, integralmente soldados o fijados de otra forma al rotor 39, cooperando con los yunques estacionarios 53 asegurados a, y sobresaliendo hacia adentro desde la pared interior de la cámara cilíndrica 35. Más particularmente, en la
30 realización ilustrada los brazos 51 están colocados en pares,



cada brazo de un par estando desplazado de su compañero por 180° y ambos brazos de cada par estando situados en la misma colocación axial en el rotor; los yunques están similarmente colocados en pares, cerca del paso de los brazos rotativos para que el material en la cámara avance, por medio de su acoplamiento con las superficies inclinadas de los brazos, y por lo tanto sea frotado y molido contra la superficie de los yunques, existiendo una pequeña holgura (es decir, 1'5 mm) entre los brazos y sus correspondientes yunques. Los yunques pueden tener caras inclinadas aguas abajo para ayudar al avance del material a través de la cámara.

Dentro de la zona 45 existen un par de placas 63 y 65 espaciadas con múltiples aberturas a través de las cuales el material es forzado por la acción de frotamiento de los brazos adyacentes inclinados. El cuyos bordes delanteros 67 trabajan muy cerca de las placas con aberturas 63 y 65 siendo la holgura entre los bordes de los brazos y estas placas, por ejemplo, menor de aproximadamente 3'2 mm. (es decir, 1'5 mm).

En una instalación típica capaz de tratar fácilmente 900 kg por hora de material, el diámetro de la cámara cilíndrica 35 es de alrededor de 150 mm. el largo total de la zona 45 es de alrededor de 488 mm, cada placa (63 y 65) es de alrededor de 6 mm. de espesor y contiene un número considerable de aberturas redondas cada una de alrededor de 6 a 13 mm. de diámetro, y el rotor es accionado a una velocidad de alrededor de 340 rpm. Se entenderá que la cámara 35 no necesita ser llenada con el material formador de barra de detergente pero puede, si se desea, fun-

328199

30 SEP



cionar parcialmente llena (es decir hasta $1/4$, $1/2$ ó $3/4$ de su capacidad. El material que está siendo cizallado en la cámara 35 no necesita estar bajo presión, excepto por las presiones localizadas en las áreas relativamente estrechas de cizallamiento, como por ejemplo en las áreas donde los brazos 51 frotan contra los yunques 53 o contra las placas con aberturas 15, 63, 65 o contra la pared interior cilíndrica de la cámara 35.

Otra forma de aparato útil para cizallamiento intensivo es uno con un rotor de rosca helicoidal rotando rápidamente en un cilindro de rosca interior helicoidal, existiendo una holgura muy pequeña entre el rotor y el cilindro para el paso del material que está siendo hecho avanzar y que está siendo cizallado por la rotación del rotor.

Las hebras extruidas semejando tallarines ilustradas en la figura 5 (que fueron extruidas a través de aberturas circulares con un diámetro de 4'6 mm en la placa con aberturas de descarga 15) han dado resultados extraordinarios cuando se las extruía para formar barras. Estas hebras son densas su peso específico, medida por el desplazamiento de líquido, estando en el margen de alrededor de 1,1 a 1,7) con un corte transversal substancialmente uniforme, relativamente lisas y lustrosas, y pueden ser manejadas más fácilmente que las formas con marcas como de viruelas, más ásperas, mostradas en las figuras 6 y 7, de las que también se pueden obtener buenas barras.

Para facilitar la extrusión, las hebras en forma de tallarines que fueron extruidas de la zona de cizallamiento intensivo son preferiblemente no de un largo indefinido. Sus largos son ventajosamente del orden de menos



de unos 60 cm, preferiblemente menos de unos 150 mm (es
decir, de 13 a 75 mm). La acción de los brazos rotativos
justamente detras de la placa de descarga con aberturas 15
del dispositivo de cizallamiento intensivo ilustrado, ayuda
5 en este respecto ya que los brazos tienen una acción corta-
dora sobre cada hebra incipiente en el lado interior de la
placa de descarga con aberturas. Aunque la extremidad cor-
tada de la hebra incipiente se adhiere al material suplido
a ella después de cada uno de tales cortes, la hebra ex-
10 truida tiene una porción debilitada correspondiendo a la
cortadura, y por lo tanto tiende a partirse facilmente,
particularmente cuando la hebra se endurece y se vuelve
menos plástica por enfriamiento.

Los detergentes sintéticos orgánicos anionicos, so-
15 lubles en agua, que pueden estar presentes en las composi-
ciones producidas de acuerdo con esta invención, contienen
un grupo solubilizante de sulfo ácido unido (directa o in-
directamente a través de un enlace intermedio) a un grupo
orgánico hidrófobico. Por lo tanto, tales detergentes in-
20 cluyen ambos sulfonatos orgánicos, es decir compuestos de
R-SO₃⁻ y sulfatos orgánicos, es decir, R-O-SO₃⁻ teniendo
suficiente solubilidad en agua para formar soluciones acuo-
sas deterativas con propiedades de espuma en contraciones que
son apropiadas para ser usadas en operaciones de lavado.
25 En la fórmula, R es un radical teniendo una cadena alifáti-
ca de por lo menos 6 carbonos, el radical preferiblemente
teniendo de 8 a 30 carbonos. Los detergentes pueden usarse
individualmente o en cualquier combinación deseada.

Entre los detergentes sulfonados aniónicos, solu-
30 bles en agua, apropiados, los detergentes de sulfonato de

328 199



alquilo arilo superior teniendo alrededor de 8 a 15 átomos de carbono en el grupo de alquilo son particularmente efectivos. Se prefiere el usar los detergentes de benceno sulfonato de alquilo superior para efectos óptimos, a pesar
5 de que otros detergentes conteniendo un grupo arilo, mono-nuclear, tal como el xileno, tolueno o fenol, pueden ser también usados. El substituyentes de alquilo superior en el nucleo aromático puede ser de estructura de cadena rec-
10 ta o ramificada. Ejemplos de grupos alquilo de cadena rec- ta son el n-decilo, n-dodecilo y n-tetradecilo derivados de ácidos grasos naturales y petroleo. Ejemplos de deriva-
15 dos de alquilo de cadena ramificada son los polímeros de propileno y butileno tales como el propileno trimero, te- tramero y pentamero. Ejemplos de otros detergentes anióni-
cos sulfonados, solubles en agua, apropiados, que pueden ser satisfactoriamente usados en las composiciones de esta invención son los sulfonatos de alcano conteniendo alrede-
20 dor de 8 a 20 átomos de carbono en el grupo de alquilo y los sulfonatos de alquilo en donde el grupo de alquilo de alrededor de 8 a 20 átomos de carbono está ligado al grupo de ácido sulfónico a través de un grupo de $-COOR_1-$, es decir isetionato de ácido oléico; un grupo de $-CONHR_1$, es decir, un taurato de ácido laúrico, o un grupo de $-OR_1$, es decir, un sulfonato de ester dodecilo glicerilo, en donde
25 R_1 es un alquilo inferior o un grupo substituido de alqui- lo inferior conteniendo 2 ó 3 átomos de carbono.

Entre los detergentes orgánicos sulfatados, solu- bles en agua, apropiados, que se prefieren usar en composi- ciones de la invención estan los sulfatos de alquilo, es
30 decir el sulfato de alcoholes grasos de coco, y sodio o el

328 199

30 Se



lauril sulfato de sodio y los sulfatos de éter de alquilo etilenoxi, es decir, tri-etilenoxi, sulfato de laurilo y sodio teniendo dichos grupos alquilo alrededor de 8 a 20 átomos de carbono y conteniendo los sulfatos de etilenoxi
5 alrededor de 1 a 15, preferiblemente 2 a 10, moles de óxido de etileno. Los grupos de alquilo pueden ser derivados de gliceridos naturales o sintéticos del petroleo, es decir, ceras craqueadas o polimerización del etileno.

Otros detergentes de sulfato orgánico apropiados,
10 incluyen los ésteres de ácido sulfurico de alcoholes polihidricos no completamente esterificados con ácidos grasos superiores, es decir, los monosulfatos monogliceridos de aceite de coco y los condensados del óxido de etileno y alquilo superior-fenoles sulfatados con un promedio de
15 alrededor de 2 a 18 moles de óxido de etileno por grupo de fenol y alrededor de 6 a 18 átomos de carbono en el grupo de alquilo. Los condensados de óxido de etileno y alquilo superior-fenoles sulfatados que se prefieren emplear tienen alrededor de 4 a 6 moles de óxido de etileno por grupo
20 de fenol y alrededor de 8 a 12 átomos de carbono en el grupo de alquilo.

Como se indicó anteriormente, estos detergentes de sulfato y de sulfonato son suministrados ventajosamente a la zona de cizallamiento en un estado líquido ácido y
25 estan presentes en el producto final en forma de sus sales de metal alcalino y de metal alcalinoterreo. Los metales alcalinos preferidos son el sodio y el potasio y los metales alcalinoterreos preferidos son el calcio y el magnesio. Se obtienen efectos óptimos con las sales de sodio en general.
30

328 199



La proporción de detergente orgánico aniónico apropiada debe ser seleccionada apropiadamente para producir un producto con las características físicas y de actuación deseadas. El detergente actúa como un agente espumosa y limpiante y como un plastificante en las composiciones de esta invención. La proporción de dicho detergente será menor comparada con las sales inorgánicas, usualmente en el margen de alrededor de 10 a 40 % en peso, y preferiblemente alrededor de 15 a 30 % por peso de la barra terminada.

Las sales inorgánicas mejoradoras de detergencia, solubles en agua, son generalmente conocidas en la técnica pueden ser cualquier sal apropiada de metal alcalino, metal alcalinoterreo o sal de metal pesado, o combinaciones de las mismas. Sal de amonio o de etanolamonio en una cantidad apropiada también puede ser agregada pero generalmente las sales de sodio y de potasio o sales similares efectivas para agregar dureza o resistencia a la barra, son preferidas. Ejemplos son los fosfatos, silicatos, carbonatos, bicarbonatos, boratos, sulfatos y cloruros de sodio y de potasio solubles en agua. Las sales mejoradoras de detergencia contribuyen a una eficiencia detergiva cuando se usan en combinación con detergentes sintéticos orgánicos de ácidos sulfónicos y/o ésteres sulfúricos. Las sales mejoradoras de detergencia particularmente preferidas son las sales alcalinas mejoradoras de detergencia tales como polifosfatos, silicatos, boratos, etc. Debido a que los efectos mejoradores y las características de tratamiento de cada sal individual varían hasta cierto grado, generalmente se utilizan mezclas de sales inorgánicas mejoradas de detergencia en proporciones variables predominantes, es decir,

328 199⁹ Sca



alrededor de 45-85% en peso de la barra terminada, usualmente en el margen de alrededor de 50-75%, preferiblemente en una proporción de alrededor de 50-65% en peso.

En las mezclas de sales inorgánicas mejoradoras de
5 detergencia, solubles en agua, usadas en las composiciones de barras detergentes, de lavar, se prefiere que haya presente una mezcla de tripolifosfato de sodio y bicarbonato de sodio o de potasio. La combinación o mezcla de sales en donde la proporción de bicarbonato a tripolifosfato es seleccionada del margen de alrededor de 1:1 a alrededor de
10 3:1, y que cuando es mezclada con el detergente orgánico en particular y el agua en proporciones tales que esta mezcla de sales inorgánicas es por lo menos alrededor de un 40% del peso total de la barra fabricada, da como resultado efectos de tratamiento deseados y produce barras con características físicas superiores. Preferiblemente, la proporción de esta mezcla particular de sales inorgánicas está dentro del margen de alrededor de 45 a alrededor de 65%
15 en peso de la barra fabricada.

20 Ambos, el tripolifosfato de la Fase I y de la Fase II, y sus mezclas pueden ser usados con éxito en las composiciones. El tripolifosfato comercial usual consiste principalmente del material de la fase II. El material de tripolifosfato comercial es usualmente esencialmente tripolifosfato, es decir, 87-95%, con pequeñas cantidades, es decir
25 4-13% de otros fosfatos, es decir, pirofosfato y ortofosfato. El tripolifosfato de sodio en su forma hidratada también puede ser usado. Aunque el ortofosfato de trisodio puede ser usado en las cantidades indicadas, su presencia a menudo resulta en una barra que tiende a "sudar" en climas cálidos
30

328199



y húmedos y cuya superficie tiende a ponerse como lodo en tales climas.

El bicarbonato de sodio o de potasio es un tampón efectivo del pH y se prefiere debido a que la mezcla particular de tripolifosfato y bicarbonato resulta en composiciones detergentes plásticas que producen barras extru-
5 das superiores. Este material es también deseable porque es relativamente barato, tiene una solubilidad apropiada y no produce "escarcha" en la superficie de la barra. El
10 bicarbonato de sodio puede ser incorporado directamente como bicarbonato anhidro o en la forma de un sesquicarbonato, un hidrato que contiene tanto bicarbonato como carbonato.

Otras sales mejoradoras de detergencia que pueden ser incorporadas en las composiciones de la barra mejora-
15 da de detergente sintético, incluyen los silicatos, carbonatos, boratos, de sodio y de potasio solubles en agua, como el tetraborato de sodio, los cloruros y los sulfatos, como el sulfato de magnesio. Generalmente, la proporción
20 total de estas sales adicionales mejoradoras de detergencia estará dentro del margen de 0,5 a 24 % en peso de la barra fabricada. Los silicatos de sodio y de potasio con una
relación de $\text{Na}_2\text{O} : \text{SiO}_2$ dentro del margen de 1 : 1 a alrededor de 3,5 : 1 son particularmente efectivos con inhibi-
dores de la corrosión en proporciones de alrededor de 1 a
25 8 % en peso de la barra terminada. El contenido de sulfato de sodio se mantiene ventajosamente bajo, es decir, por debajo de 1/3 del peso del fosfato (anhidro); preferiblemente, para evitar la "escarcha", el contenido de sulfato
de sodio está por debajo de alrededor de un 2 % del peso
30 de la barra.

328 199 30 SEP



El ingrediente final esencial en la composición de la barra mejorada de detergente sintético es el agua o un material similar. Este componente está generalmente presente en una proporción dentro del margen de alrededor de 2 a 30 % en peso de la barra. Este material sirve como un plastificante en las composiciones sólidas producidas por esta invención y también ayuda a favorecer la reacción de neutralización. Se podrá apreciar que la cantidad total de agua es la suma de la cantidad agregada con los otros ingredientes en la alimentación (es decir, en el ácido sulfónico o con las sales, o separadamente) y la cantidad formada durante la reacción de neutralización. Se prefiere que el agua sea desde alrededor de un 4 % a un 20 % en peso.

En la realización descrita anteriormente, ilustrada en el dibujo, el agente neutralizante estaba contenido, en forma sólida, en el polvo mezclado que se alimentaba a la zona de cizallamiento intensivo, y el agua de alimentación era suministrada en la porción líquida de ácido sulfónico de la alimentación. Con ciertos ácidos detergentes (tales como los ácidos alquilbenceno sulfónicos de larga cadena) la presencia de la cantidad deseada del agua de alimentación causa una parcial gelificación de la mezcla de ácido sulfónico y agua, por lo que hay dificultades para dosificar con exactitud la mezcla al aparato de cizallamiento intensivo. En la práctica de esta invención hemos podido evitar esta dificultad añadiendo el agua de alimentación continuamente en una corriente separada; ventajosamente, cuando el polvo contiene un ingrediente (como el tripolifosfato de sodio no hidratado) que tiende a for-

328 199



mar cristales hidratados por contacto con el agua, esta corriente separada de agua de alimentación es introducida dentro del aparato de cizallamiento intensivo aguas abajo del punto donde el ácido detergente líquido es alimentado, para así permitir un contacto íntimo previo entre el ácido y el material no hidratado. Preferiblemente esta adición es hecha justo ligeramente aguas abajo del punto de contacto del ácido y el polvo, para que las sales mejoradoras de detergencia que están moviéndose entre en contacto con el agua menos de un segundo, es decir, solamente una fracción de segundo, después de su contacto con el ácido. Esta invención también hace posible el usar un agente neutralizante líquido y el emplear hidroxidos de metal alcalino como agentes neutralizantes. Por lo tanto, una solución acuosa de hidroxido de sodio (es decir, de una concentración de alrededor de 20 a 75 β) puede ser usada como el agente neutralizante, sola o en combinación con un agente neutralizante sólido. Es ventajoso el agregarla corriente acuosa de hidroxido de metal alcalino es un punto justamente aguas arriba del punto donde el ácido detergente líquido es introducido, particularmente cuando la mezcla de sales mejoradoras de detergencia contiene un material (tal como carbonato y/o bicarbonato sólido) que puede actuar como un agente neutralizante; esta adición aguas arriba asegura que el ácido detergente reaccione con preferencia con el hidroxido de metal alcalino en vez de con el carbonato o el bicarbonato, a pesar de que las sales mejoradoras de detergencia en movimiento entran en contacto con el alcali agregado menos de un segundo, es decir, solamente una fracción de segundo, antes de que la mezcla se ponga

328199



en contacto con el ácido. Silicatos altamente alcalinos
tales como el silicato de sodio alcalino pueden ser tambien
ser usados como agentes neutralizantes, ventajosamente
como soluciones acuosas agregadas en la misma forma que
5 el hidróxido de sodio.

Opcionalmente, una alquilolamida de ácido graso
puede ser incluida en la composición de este invento. Ta-
les materiales son generalmente productos de condensación
de ácidos grasos superiores de alrededor de 10 a 18, pre-
10 feriblemente 12, átomos de carbono en el grupo acilo, con
alquilolaminas seleccionadas del grupo que consta de mono-
etanolamina, dietanolamina e isopropanolamina. Ejemplos son
las monoetanolamidas, dietanolamidas e isopropanolamidas
láuricas, cápricas, mirísticas y de coco, y los aductos de
15 óxido de etileno de tales amidas (ventajosamente con peque-
ñas cantidades, es decir, 1 a 2 moles, de óxido de etileno
por mol de amida.) Las alquilolamidas que frecuentemente
actúan como mejoradoras de espuma, pueden estar presentes
en proporciones dentro del margen de alrededor de 0 a 5
20 %, preferiblemente alrededor de 2 %.

Otros varios ingredientes pueden ser incluidos si
se desea. Las composiciones pueden incluir beneficiosamen-
te agentes quelatinizantes específicos capaces de formar
complejos con hierro, tales, como las sales solubles en
25 agua del ácido etileno diamino tetraacético y similares.
Otros materiales auxiliares convencionales que pueden ser
incorporados en las composiciones son los agentes de sus-
pensión de la suciedad tales como la carboximetilcelulosa
de sodio, los inhibidores del deslustre como la melamina,
30 los agentes abrillantadores fluorescentes, los perfumes,

328 199



los agentes colorantes, los germicidas o bacteriostaticos, otros materiales detergentes como los agentes de superficie activa o tensioactivos solubles en agua, no ionicos, anfotericos y cationicos, o jabones solubles o insolubles en agua, agentes acondicionadores de la piel tales como la glicerina, o la lanolina, y similares. Estos materiales pueden ser mezclados con las composiciones en cualquier forma apropiada que no afecte substancialmente adversamente a la plasticidad o a las propiedades basicas de las composiciones y están preferiblemente presentes en cantidades pequeñas con relación a los detergentes sinteticos anionicos.

Otros ingredientes que tambien pueden ser empleados son los almidones (tales como la harina de tapioca, el almidón de maiz, de yuca o de patata); la presencia del almidón ayuda al tratamiento de la mezcla, mejora su aptitud para ser trabajada y parece favorecer su flujo por las paredes exteriores de la hilera formadora de barras del extrusionador. Otros agentes que tiene efectos afines, y que pueden ser agregados junto con o en lugar del almidón, son las arcillas tales como la bentonita y el caolin, que como el almidón tienden a absorber humedad y a hincharse para formar geles en los medios acuosos calientes, el óxido de zinc y la celulosa finamente dividida (Solka-floc). Estos aditivos pueden ser incluidos en cantidades de hasta alrededor de un 20%; sus efectos son marcados por encima de alrededor de un 5% (es decir 7%); una proporción preferida es de alrededor de 10 a 12% de almidón. El almidón tambien ayuda a dar a la barra un color mas brillante.

Otro auxiliar de tratamiento es una cera tal como la parafina, que puede ser agregada en finas escamas mezcla-

328 199 30



das con las sales mejoradoras de detergencia o disueltas o dispersadas en ácido sulfónico detergente calentado. Otros materiales de cera afines tales como el petrolato o vaselina también pueden ser usados. La cera también ayuda a aumentar la vida de la barra durante su uso ordinario y a evitar la "transpiración" de la barra en ciertos climas, cuando se usa en pequeñas cantidades (es decir, 1/4 a 1-1/2%); cantidades menores o mayores pueden ser usadas si se desea.

10 Entre los materiales ácidos detergentes particulares que pueden ser usados en el proceso están los ácidos alquil aril sulfónicos industrialmente disponibles, con un peso molecular promedio en el margen de alrededor de 270 a 380, preferiblemente desde alrededor de 300 a 380, preparados sulfonando el correspondiente alquil aril hidrocarburo con un agente sulfonador tal como trióxido de azufre, oleum o ácido sulfúrico para rendir una composición líquida que contiene alrededor de 65-99% de ácido sulfónico, alrededor de 1-34% de ácido sulfúrico o monohidrato de trióxido de azufre, 0.5-2% de productos secundarios de sulfonación y alrededor de 0-10% de agua.

20 El agente neutralizador usado en el proceso (ventajosamente carbonato, óxido o hidróxido de metal alcalino, preferiblemente de sodio o de potasio puede, como se ha indicado anteriormente, ser empleado en una forma sólida hidratada o no hidratada, es decir como partículas secas finamente divididas mezcladas previamente con la sal inorgánica mejoradora de detergencia, o pueden ser suministradas como soluciones o suspensiones acuosas. Los carbonatos y los bicarbonatos generalmente son usados en forma sólida.



Ventajosamente hay presente una cantidad de agente neutralizante por lo menos igual a la cantidad estequiométricamente necesaria para la neutralización completa del ácido detergente y de cualesquiera constituyentes ácidos (tal como ácido sulfúrico) que acompañen al ácido detergente. Es preferible evitar la generación de dióxido de carbono durante la reacción de neutralización; por lo tanto, cuando se emplea un carbonato como agente neutralizador, es preferible tener presente suficiente agente neutralizador para asegurar que el carbonato no pierda CO_2 sino que en lugar de ello sea convertido en un bicarbonato o sesquicarbonato.

Quando se libera un gas durante la neutralización se ha notado que la pasta substancialmente neutralizada y homogénea que se descarga del mezclador tiene características diferentes. Es más ligera en densidad y algo más porosa tendiendo muchas veces a romper las hebras extendidas semejando tallarines en granos como los que se ilustran en la figura 7.

Quando el agente de neutralización es un carbonato o bicarbonato apropiado, la sal inorgánica mejoradora de detergencia puede comprender solamente la sal neutralizante misma, en cuyo caso la sal neutralizante está usualmente presente en exceso de la cantidad estequiométrica necesaria para neutralizar completamente el material líquido orgánico conteniendo sulfo ácido. Para mejores resultados, sin embargo, sales inorgánicas adicionales, mejoradoras de detergencia, (es decir, polifosfatos) deben estar también presentes con el agente neutralizador en partículas para aumentar las características de comportamiento del

328199



producto detergente mejorado.

Se ha encontrado que cuando un exceso de ceniza de
sosa sin reaccionar está presente en la barra final, el
producto es menos ventajoso ya que no es tan suave ni li-
bre de pelusilla o empañamiento, particularmente en la
5 realización descrita abajo e ilustrada en las figuras
8ff, en donde la barra es extruida directamente desde la
zona de cizallamiento intensivo.

La cantidad de agua (incluyendo el agua de neutrali-
zación) presente en la zona de cizallamiento intensivo va-
riara generalmente de acuerdo con el tipo y la cantidad de
detergente anionico que se forme allí. Deberá ser sin em-
bargo, suficiente para impedir alguna plasticidad al deter-
gente aniónico a la temperatura de la operación de cizalla-
10 miento. Ordinariamente es ventajoso suministrar algún agua
además del agua de neutralización. La cantidad de agua pre-
sente es tal que la composición es sólida, plástica, y ex-
truable sin necesidad de un paso intermedio de secado. El
agua presente en los hidratos de sal que son estables bajo
15 las condiciones que prevalecen en la zona de cizallamiento
generalmente no estará disponible para la plastificación.

El calor liberado por la reacción de neutralización
aumenta la temperatura de la mezcla de sal mejoradora de
detergencia y detergente anionico y hace a la mezcla más
25 plástica y susceptible de ser trabajada en la zona de ci-
zallamiento intensivo. La temperatura lograda en esta zona
dependerá también naturalmente de las cantidades y capaci-
dades calorificas de la sal mejoradora de detergencia y de
los otros ingredientes presentes, así como del calor gene-
30 rado por el cizallamiento. Es a menudo ventajoso extraer



algo del calor de la mezcla, haciendo circular un fluido de enfriamiento alrededor de la zona de cizallamiento. En el proceso en que la masa pastosa de material es extruida de la zona de cizallamiento intensivo en forma de tallarines u otras formas finas, tal enfriamiento ayuda a reducir la pegajosidad de las superficies de las formas extruidas y también reduce a un mínimo la tendencia de estas formas a juntarse cuando están en contacto una con otra en la correa transportadora. Sin embargo, nuestro proceso puede funcionar en un margen amplio de temperaturas del material que está siendo extruido desde la zona de cizallamiento intensivo; por ejemplo, temperaturas en el margen de alrededor de 38° a 93°C.

Como se menciona anteriormente, la reacción de neutralización ocurre muy rápidamente en la zona de cizallamiento intensivo. En una forma preferida de la invención el material que sale de esta zona está prácticamente completamente neutralizado como se evidencia por un ensayo de incorporación de indicador. Se ha encontrado que con esta neutralización el proceso puede ser llevado a cabo en una forma controlada más eficaz para producir el producto uniforme deseado; el cual puede ser extruido sin necesidad de trabajo mecánico adicional; también la pegajosidad de la superficie frecuentemente característica de los productos no completamente neutralizados puede ser evitada o reducida. Una prueba satisfactoria para determinar la terminación de la neutralización desde un punto de vista práctico es la incorporación de un colorante adecuado como indicador que normalmente cambia de color de un pH de alrededor de 3 a 4 en agua, tal como el Azul De-

328 199



tergente Pylaklor S-500 o el azul de bromofenol. Por ejemplo, el colorante Pylaklor, preferiblemente disuelto en agua, es añadido a través de un orificio de entrada apropiado en una concentración de alrededor de 0,01 % del peso de la fórmula terminada (por ejemplo, con una cantidad de agua que corresponde a alrededor del 12 % del peso de la fórmula terminada) con las sales inorgánicas y el ácido sulfónico. Cuando la mezcla que está siendo descargada es esencialmente de color rosado a la vista, entonces no ha habido suficiente neutralización, mientras que un color no rosado, por ejemplo azulado, significa que la neutralización es prácticamente completa.

En el proceso formador de hebras descrito arriba, el espesor del material extruido de la zona de cizallamiento intensivo es, como se ha expresado anteriormente, ventajosamente menor que alrededor de 25 mm. La sección transversal del material extruido puede ser substancialmente circular (como sucede cuando la placa de descarga tiene orificios circulares) pero la formación de otras formas, tales como rectangular, triangular, en forma de pesas, en forma de estrella, en forma de cinta, etc., obtenidas con el uso de orificios con formas apropiadas, está dentro del alcance general de esta invención.

La operación de extrusión, a la cual se someten las hebras, los granos, o formas similares previamente extruidas, puede ser llevada a cabo en una forma convencional. Ventajosamente el material suministrado al extrusor está todavía caliente, a pesar de que su superficie puede estar en un estado más duro y frío; esto facilita la compactación por el tornillo y la operación de extrusión

328 199

30 SEP



en el extrusor. Como se ha indicado anteriormente, el extrusor usualmente comprende un tornillo continuo o sinfin que gira en un cilindro cerrado. Si se desea, se pueden usar dos etapas de extrusión, siendo alimentado el producto extruido de un primer batidor en forma de hebra extruida, directamente al orificio de entrada del segundo extrusor y el orificio de salida del primer extrusor puede ser mantenido, para la producción de barras densas, a una presión subatmosférica (es decir una presión de alrededor de 1/3 de atmosfera); se ha encontrado que este procedimiento produce un producto más profundamente coloreado (cuando se ha agregado un material colorante a la formulación), ayuda a eliminar gases ocluidos y redanda en un producto final que es menos pegajoso cuando está caliente. Los cilindros que rodean el sinfin del extrusor pueden ser calentados o enfriados según se desee para asegurar el mantenimiento del material en la condición plástica deseada. Para la formación de una barra sólida, la temperatura del material que se va a extruir desde el extrusor es generalmente más baja que la temperatura a la cual el material es extraído de la zona de cizallamiento intensivo; usualmente está dentro del margen de alrededor de 32° - 54° C., generalmente en la vecindad de 35 - 41° C. El enfriamiento de los tallarines u otras formas delgadas expulsadas desde la zona de cizallamiento intensivo descrito previamente, con anterioridad a su entrada en el extrusor facilita por lo tanto la producción de una barra sólida. Para darle a la superficie de la barra un terminado más liso es muchas veces deseable el calentar la porción del material que está en contacto con la hilera o boquilla que forma la barra en el extremo de des-

328199

30 SE



carga del extrusor, calentando las paredes de la boquilla, por ejemplo a una temperatura de alrededor de 5,5 a 112 C., más alta que la temperatura del material en el extrusor.

Está dentro de alcance general de esta invención el someter el material, después que ha sido descargado desde la zona de cizallamiento intensivo y antes de la operación de extrusión, a un tratamiento adicional de amasado, si se desea, con el propósito de enfriar y/o mezclar o dispersar ciertos ingredientes especiales tales como cera de parafina o dióxido de titanio.

En otro aspecto de esta invención las operaciones de formación de la barra y neutralización con cizallamiento intensivo están directamente conectadas, acoplando una zona de extrusión formadora de barra directamente al extremo de salida del dispositivo de cizallamiento intensivo. Para este propósito el rotor del dispositivo de cizallamiento intensivo puede tener una extensión que tenga un tornillo o sinfín de extrusión (en ciertos casos la zona de extrusión puede ser enfriada para reducir la temperatura de la mezcla hasta un nivel que facilite la extrusión directa de una barra forma). Este tipo de tratamiento constituye un aspecto de otra forma preferida de esta invención. Aquí la mezcla fluida formada por el cizallamiento intensivo es extruida directamente como una barra a través de una abertura de extrusión de un tamaño relativamente grande (suficientemente grande para formar la barra), siendo mantenida la mezcla fluida continuamente caliente y fluida y continuamente bajo fuerzas de cizallamiento desde el momento de la formación de la mezcla fluida hasta su paso a través de la abertura de extrusión. Ventajosamente, el tiempo de residencia,



desde la alimentación hasta la extrusión, es muy corto, es decir, muy por debajo de 10 minutos y preferiblemente menos que 5 minutos; un tiempo de residencia de 1 a 2 minutos ha dado resultados excelentes. La mezcla preferiblemente sale
5 por la abertura de extrusión al cabo de solo un minuto de su salida de la zona de cizallamiento intensivo. La barra extruida puede ser entonces endurecida (enfriandola hasta la temperatura ambiente), cortada en barras individuales y prensada. Una ventaja de esta forma de la invención es
10 que hace posible la formación de una barra detergente de lavar de alta calidad sin tener que usar los extrusores convencionales muy pesados y costosos. Al mismo tiempo, la energía requerida para producir las barras es reducida grandemente. Por ejemplo, la energía total puede ser
15 reducida en alrededor de un 50 % o más si se compara con la que se necesita cuando el material intensamente mezclado es alimentado a un extrusor convencional. Un tipo de aparato particularmente apropiado para ser usado para llevar a cabo esta forma de la invención está ilustrado en
20 las Figuras 8 a 20.

El aparato incluye una caja 71 con envoltura dentro de la cual están montados un par de ejes paralelos giratorios 72, cada uno de los cuales se extiende horizontalmente a todo lo largo de la caja, teniendo cada uno
25 montado para su rotación conjunta elementos de tornillos a alimentadores 73 y elementos agitadores o paletas 74. La cavidad longitudinal dentro de la caja está formada por dos zonas circulares cilíndricas que se intersecan (como puede ser visto en la vista de frente de la Figura
30 10) que se juntan por los salientes superiores e inferiores.

328 199

30 SEP



76 y 77, respectivamente, siendo cada una de dichas zonas
cilíndricas coaxial con el eje rotativo situado en dicha
zona, existiendo una pequeña holgura radial entre las pa-
redes interiores de la cavidad y las periferias exterior-
5 res de las paletas y elementos de tornillo de alimentación.
Hay una abertura o tolva 78 en uno de los extremos de la
caja, encima de los tornillos de alimentación y una plura-
lidad de aberturas o lumbreras de inyección espaciadas
79 ,81, 82, 83 que se comunican con la cavidad.

10 Para proveer acceso al interior de la caja, esta
se divide en dos secciones, es decir, una mitad inferior
estacionaria 83a y una mitad superior desmontable 83b que
está firmemente, pero desmontablemente asegurada a la mi-
tad inferior en cualquier forma apropiada, como por medio
15 de pernos 83c que pasan a través de pestañas exteriores
coincidentes 83b de estas dos mitades de la caja. La mitad
superior 83a incluye el saliente pendiente hacia abajo
76 conformado con las porciones circulares arriba de su in-
tersección, y la mitad inferior tiene el mismo saliente
20 sobresaliendo hacia arriba 77.

Los dos ejes están adaptados para ser impulsados
en una misma dirección por una disposición de motor y en-
granaje 84 situada a un extremo de la caja. Los tornillos
alimentadores en los ejes son del tipo convencional de
25 hélice, engranando apropiadamente en una forma bien co-
nocida cuando los ejes rotan para hacer avanzar el mate-
rial suministrado a través de la tolva 78, en una direc-
ción axial hacia las paletas.

Las paletas están dispuestas en pares iguales, sien-
do el diseño tal que una punta 86 (figura 10) de una de
30



las paletas de cada par está siempre moviéndose en relación de frotamiento con un borde o flanco 87 de la otra paleta del par durante la rotación continua y simultánea de los ejes. En la construcción mostrada, las paletas

5 de cualquier par son idénticas una con otra y están montadas con sus ejes largos LA (figura 11) en ángulo recto estando definidos los bordes 87 de cada paleta por arcos simétricos equirradiales cuyos centros está simétricamente situados en las prolongaciones del eje corto SA de la

10 paleta. Estos arcos son de un radio más grande que los radios de las zonas cilíndricas de la cavidad de la caja. Como podrá verse de la secuencia mostrada en las figuras 10 a 13, durante la rotación simultánea de los ejes alrededor de sus ejes de rotación RA una punta 86 de la

15 paleta izquierda sigue a lo largo de un borde 87 de la paleta derecha, dos puntas de las paletas se encuentran entonces después de lo cual una punta de la paleta derecha continua a lo largo de un borde de la paleta izquierda. Por lo tanto, en una rotación total de 360° , cada borde

20 de cada paleta será frotado una vez por la punta de su paleta compañera. Durante esta rotación total de 360° , las paredes internas de la caja serán frotadas dos veces por las puntas de las paletas.

Ciertas paletas están diseñadas para hacer avanzar el material a lo largo de los ejes. En estas paletas

25 (de aquí en adelante denominadas "paletas de avance") el perfil de la cara posterior 91 (figuras 14 y 15) de la paleta 74 está desviado en un pequeño ángulo α (alrededor del eje de rotación) respecto del perfil de su cara

30 anterior 92. Por ejemplo, para una paleta que tiene su

328199



eje largo de 124 mm de largo y su eje corto de 50 mm de largo, y que tiene un espesor de 25 mm, las dos caras pueden estar desviadas por un ángulo de $12-1/2^\circ$. La otra paleta del mismo par tiene los perfiles de sus caras simi-

5 milarmente desviados por un ángulo idéntico, siendo el diseño tal que el borde de cada paleta será frotado por la punta de su paleta emparejada, como se ha descrito anteriormente. Por lo tanto, en cualquier corte transversal a través del par de paletas, en ángulo recto con respecto

10 al eje de rotación, la relación de los perfiles transversales será la misma que la que se muestra en las figuras 10 a 13. Para hacer avanzar el material desde la extremidad de la caja donde está la tolva hacia su extremo opuesto, el perfil en la cara posterior de la paleta

15 (es decir, la cara más próxima al extremo de la tolva) está preferiblemente desviado (respecto del perfil en su cara anterior) en la misma dirección que la dirección de rotación de las paletas ilustrada por la flecha en la figura 14. Se podrá apreciar que aunque las puntas

20 son mostradas en los dibujos como relativamente agudas, pueden ser relativamente romas como se indica por las líneas de puntos en la figura 14, estando las dimensiones ajustadas para que las puntas a pesar de ser romas esten aún en una estrecha relación de frotamiento con

25 las paredes interiores de la caja y con los bordes de la paleta compañera.

Para continuar el avance longitudinal del material en una trayectoria más o menos helicoidal, los ejes largos de cada par sucesivo de paletas pueden estar desviados

30 por un ángulo agudo, respecto a los ejes largos del par



previamente en contacto con el material que se está tratando. La figura 16 (en donde las flechas indican la dirección de rotación del eje) ilustra varias posiciones de las caras anteriores de paletas sucesivas, estando la paleta designada como I más cerca de la extremidad de descarga de la máquina que las otras paletas; siendo la paleta II la proxima, después la paleta III y después la paleta IV que es la que más lejos está de la extremidad de descarga, habiendo un ángulo de 45° entre los ejes largos de las paletas sucesivas. Esta desviación de los ejes largos de las paletas adyacentes también ayuda a la acción mezcladora del aparato. Como se podrá ver en la figura 15, cuando las paletas estan en la posición designada como II, por ejemplo, su movimiento ulterior actua para comprimir el material entre los bordes o flancos de las paletas y las paredes de la caja, forzando al material dentro de las trayectorias del movimiento de los pared de paletas adyacentes.

Las caras anteriores y posteriores 92, 91 de las paletas son ventajosamente planas y cuando las paletas son montadas sobre los ejes y situadas en planos perpendiculares a dichos ejes, las caras de las paletas adyacentes están preferiblemente cerca unas de otras; por lo tanto, la holgura entre la cara anterior de una paleta y la cara posterior de la siguiente paleta puede ser del orden de alrededor de 0'75 mm. Las holguras entre las puntas de las paletas y las paredes interiores de la caja pueden ser, por ejemplo, de alrededor de 0'75 a 0'1 mm, las holguras entre las puntas de las paletas y los bordes de las paletas emparejadas que aquellas frotan pueden ser aproxima-

328199



damente las mismas, es decir, alrededor de 0.75 mm.

Se ha encontrado ventajoso el utilizar simultanea-
mente tanto las paletas que hacen avanzar (es decir, las
paletas cuyas caras anteriores y posteriores están desvia-
5 das, como se ha descrito con anterioridad) como las pale-
tas que no hacen avanzar (es decir, las paletas cuyos per-
files anteriores y posteriores están alineados, y no des-
viados).

En la extremidad de descarga del aparato pueden
10 ser empleadas varias disposiciones para extruir el material.
En una disposición (ilustrada en las figuras 17 y 18), hay
una pared final ajustablemente montada 94 que tiene un bor-
de que sobresale hacia atrás 96 dimensionado para que ajuste
estrechamente dentro de las paredes de la caja 71, cuya for-
15 ma en este punto es simétricamente oval (formada por dos
semicírculos verticales espaciados opuestos, del mismo dia-
metro y alineados con las correspondientes paredes interio-
res de la cavidad principal de la caja, unidos por líneas
horizontales tangentes). El material que abandona las úl-
20 timas paletas 74 fluye entre la pared inferior 97 de la
caja y la parte del fondo 98 de la pared final 94. El bor-
de 96 impide que el material fluya fuera de los costados
y parte superior de la extremidad de descarga. Un flujo
suave hacia afuera es ayudado por la presencia de un faldón
25 inclinado 99 que se extiende hacia abajo desde la pared
inferior 97. En otra disposición de extrusión (ilustrada
en las figuras 19 y 20), hay una pared final fija 101 con
una abertura rectangular de descarga 102 del calibre de la
barra, pero que por lo demás bloquea completamente el ex-
30 tremo de la caja, estando dispuesta la abertura de descarga



excentricamente con respecto a la línea central de la cavidad de la caja y localizada más cerca del lado derecho de la caja, que corresponde al lado en donde el movimiento de las puntas de las paletas tiene una componente generalmente hacia arriba en vez de hacia abajo. La pared final 101 tiene agujeros circulares 103 para recibir a los ejes paralelos 72. En una forma que se ha usado con la disposición de paletas arriba indicada, la placa 101 tiene alrededor de 25 mm. de espesor y el pasadizo de descarga es horizontal y rectangular, siendo de alrededor de 50 mm. de ancho y 25 mm. de alto, y estando la placa espaciada alrededor de 25 mm. de los extremos delanteros de los salientes superior e inferior 76, 77, y siendo la forma de la cavidad de la caja adyacente a la placa 101, un óvalo simétrico como se mencionó con anterioridad. Hay una serie de tornillos alimentadores 104 idénticos a los de la extremidad de entrada de la máquina, montados en los ejes 72 para ayudar a forzar el material a través del pasadizo 102. La disposición de estos tornillos alimentadores en la extremidad de descarga hace posible el obtener una presión de descarga mucho mayor.

En otra disposición de extrusión ilustrada en la figura 22, hay una pared final fija que bloquea completamente el final de la caja 71 (con aberturas circulares para recibir estrechamente los ejes) y un tubo de descarga rectangular horizontal S ó S' que conduce desde el espacio adyacente al último grupo de paletas. Con esta disposición se han obtenido particularmente buenos resultados cuando las paletas sucesivas más cercanas al extremo de descarga tienen sus ejes más largos desviados en un ángulo relativa-

328199



mente grande (preferiblemente en el ángulo máximo de 90°),
es decir, una disposición en donde la secuencia de los úl-
timos cinco pares de paletas es I, III, I, III, I (usando
la terminología discutida arriba e ilustrada en las figu-
5 ras 16 y 22).

En el proceso total ilustrado en la figura 8, el
material en polvo es suministrado continuamente a la tolva 78
mientras que los ingredientes líquidos son suministrados
a una o a ambas de las lumbreras 79, 81; lo extruido 105 es
10 recogido en una correa sin fin 106 que se mueve continuamen-
te, se deja endurecer por enfriamiento y envejecimiento, y
entonces se corta en barras individuales en 107 y se prensan
en una forma convencional en 108.

Un medio apropiado de transferencia de calor, tal
15 como agua refrigerante, puede ser suministrado a cualquier
porción de la camisa 109 de la caja 71.

La temperatura de extrusión preferida en el proceso
ilustrado en la figura 8 es preferiblemente superior a 38°
C. Un margen apropiado es de alrededor de 49 - 60° C.; la
20 periferia de la abertura de extrusión puede ser calentada
a una temperatura superior (es decir, de 5,5 a 11° C supe-
rior) a la del material extruido para así activar la extru-
sión. Se ha encontrado, sin embargo, que pueden ser emplea-
das temperaturas de extrusión mucho mas altas rindiendo
25 efectos especiales. Por lo tanto, en operaciones de produc-
ción que simplifican una neutralización continua (una reac-
ción exotérmica que tiende a calentar el producto conside-
rablemente, como se ha hecho notar anteriormente) se produ-
jo un material extruido que tenía una temperatura más alta
30 de 60° C. (es decir, 86° C) el cual fué extruido suavemente

328 199

30 SEP.



en forma de barra, desde la abertura de descarga conservando el corte transversal de esa abertura (en este caso un tubo de descarga lateral tal como se muestra en S, rectangular en sección transversal). El material extruido a esta
5 temperatura relativamente alta fue encontrado considerablemente más resistente que los materiales extruidos similarmente a temperaturas más bajas; tenía suficiente resistencia para que durante la extrusión continua, la barra caliente (de alrededor de 50 mm. de ancho y alrededor de 25 mm.
10 de alto) que abandonaba el tubo, soportara su propio peso sobre un tramo, medido horizontalmente, de más de 1,20 m., formando una curva catenaria cuyo punto más bajo estaba a alrededor de 60 cm por debajo del nivel de los dos extremos de este tramo.

15 Típicamente la abertura de extrusión puede tener un área de por lo menos alrededor de 12 cm² y una altura (por lo menos equivalente al espesor de las barras individuales) en el margen de alrededor de 19 a 75 mm., y un
20 ancho de por lo menos 50 mm. El ancho de la abertura de extrusión puede ser el ancho de una sola barra o puede ser un múltiplo de ese ancho, en cuyo caso el material extruido puede ser cortado a lo largo antes o después de haber sido totalmente enfriado y endurecido (es decir, halándolo o, empujándolo a través de uno o más elementos de cortar,
25 tales como alambres finos verticales que pueden ser calentados para facilitar el corte).

Los siguientes ejemplos son adicionalmente ilustrativos de la naturaleza de la presente invención, y se entenderá que la invención no está limitada a los mismos.

328199

30 SEP



EJEMPLO 1

Un dispositivo de cizallamiento intensivo (como se ilustra en las figuras 1 a 4 del dibujo), que comprende un cilindro con 152 mm. de diámetro, que tiene una zona de cizallamiento intensivo de 488 mm. de largo equipada con un rotor con multiples brazos dando vueltas a 104 rpm, es alimentado continuamente con dos corrientes de material. Una corriente que consta de la siguiente composición es bombeada dentro del dispositivo a una velocidad de 98 kg por hora:

	<u>% en peso</u>
Acido tridecilbenceno sulfónico (0,99 IA) (obtenido por la sulfonación de un benceno alquilado con un polipropileno en forma convencional	72,1
15 Color azul "Pylaklor" (detergent Blue S-500)	1,5
Agua	26,4
	<hr/>
	100,0

La segunda corriente es una mezcla de sales inorgánicas mejoradoras de detergencia en forma de partículas gruesas (100 μ a través de un tamiz de 10) teniendo la siguiente composición; esta corriente es alimentada a la tolva del dispositivo de cizallamiento intensivo en una proporción de 145 kg por hora usando un alimentador "Vibra Screw":

328 199

30 \$



	<u>en peso</u>
Carbonato de sodio (grado comercial anhidro)	12
Bicarbonato de Sodio (grado comercial anhidro)	64
5 Tripolifosfato de Sodio (grado comercial anhidro)	24
	<hr/>
	100

El dispositivo de cizallamiento incluye un rotor cilíndrico de 70 mm. de diámetro que tiene once brazos aseguradamente soldados al mismo; cada brazo es una porción de una hélice que se extiende sobre un ángulo de alrededor de 100° o más, y llega hasta casi 3 mm. de la pared interior del cilindro de 132 mm. de diámetro dentro del cual el rotor opera. El espesor de cada rotor es de alrededor de 13 mm. Sobresaliendo desde la pared interior hay una serie de yunques espaciados extendiéndose cada uno radialmente hacia dentro cerca de 30 mm. y teniendo cortes transversales de alrededor de 19 mm. por 19 mm. La trayectoria de los brazos se aproxima estrechamente (una holgura de cerca de 0,8 - 1,6 mm) a los yunques. Dentro del dispositivo hay dos placas espaciadas con aberturas, espaciadas igualmente a 1/3 y 2/3 del largo de la zona de cizallamiento. Aguas arriba de la primera placa con aberturas (la cual tiene 6,4 mm. de espesor y tiene espaciadas 34 aberturas circulares axiales de 13 mm. de diámetro) hay tres brazos y tres yunques. Aguas abajo de la primera placa y aguas arriba de la segunda placa con aberturas (la cual tiene 3,2 mm de espesor y 62 aberturas circulares axiales de 9,5 mm. de diámetro) hay otro juego de pares de brazos y yunques, y hay un juego similar entre la segunda placa y la placa de des-

328199

30 SEP



carga (placa que es de 2,4 mm de espesor y tiene varios
cientos de aberturas circulares axiales de un diámetro
de 4,8 mm., a través de la cual el material es extruido.
Las holguras entre las diversas placas y los correspon-
5 dientes brazos rotativos son del orden de 1,6 mm.

Las dos corrientes se encuentran y se mezclan
aguas arriba de la primera placa del dispositivo y la
mezcla cizallada, neutralizada y calentada, resultante
es extruida a través de la placa de descarga en forma
10 de tallarines que tienen una relación de area superficial
a volumen de alrededor de 584 mm.

El material descargado es de color azul, indican-
do una neutralización substancialmente completa del deter-
gente organico de forma ácida, y es una masa plástica homo-
15 genea. Los tallarines, apilados en una capa de alrededor
de 25 mm. de alto, son dejados enfriar al aire durante 20
a 25 minutos; su temperatura media por lo tanto baja hasta
alrededor de 38 - 43° C. Entonces son directamente extrui-
dos usando un extrusor que tiene un cuerpo cilíndrico de
20 100 mm. El cuerpo del extrusor es enfriado con agua y las
paredes de su boquilla son calentadas a alrededor de 49° C.
La sección transversal rectangular de la barra extruida es
de 38 mm. por 25 mm.

La barra extruida a una temperatura de alrededor
25 de 38° C. es cortada en tramos de 100 mm. y estampadas en
una forma que tiene un diseño impreso en la misma en una
prensa apropiada. Esta barra estampada tiene una aparien-
cia homogénea y una superficie relativamente suave. La barra
de detergente de lavar contiene alrededor de un 28 % de
30 tridecil benceno sulfonato de sodio alrededor de 9 % de



agua (incluyendo agua de hidratación), alrededor de 16 %
de tripolofosfato de sodio (con relación a una base anhidra)
y el resto principalmente bicarbonato de sodio (más de 40 %
con relación a una base anhidra) junto con cantidades menores
5 de sulfato de sodio, color y productos secundarios de sul-
fonación.

Ejemplos 2 y 3

El Ejemplo 1 es repetido substancialmente pero el
10 agua no es mezclada previamente con el detergente ácido
sino que es agregada como una corriente aparte. En el Ejem-
plo 2 la corriente de agua es agregada justamente aguas
abajo de la primera placa con aberturas a través de una
lumbreira (tal como la lumbreira 9a en la figura 2), y en
15 el Ejemplo 3 la corriente de agua es agregada aguas arriba
de la primera placa y en el mismo plano vertical (transver-
sal al eje del rotor) que el ácido tridecibenceno sulfó-
nico a través de una lumbreira 90° más allá del punto de
adición del ácido (tal como la lumbreira 9b en la figura
20 2).

Ejemplo 4

El ejemplo 1 es substancialmente repetido pero el
agente neutralizante es una solución acuosa de hidróxido
25 de sodio (conteniendo dicha solución 75 % de caustico de
50° Baumé) y el carbonato de sodio es omitido de la mezcla
en particulas de sales mejoradas de detergencia cuya compo-
sición es 33,6 % de tripolifosfato, 47,8 % de bicarbonato
de sodio, 13,4 % de almidón de tapioca y 0,2 % de perfume.
30 La corriente de la solución de hidróxido de sodio es ali-

328199 30



menta a la zona de cizallamiento en el mismo plano vertical transversal que la mezcla que contiene ácido sulfónico, a través de una lumbrera ligeramente aguas arriba de la lumbrera a través de la cual el ácido es agregado.

5

Ejemplo 5

El ejemplo 4 es repetido substancialmente usando una velocidad total de alimentación de 950 kg por hora y una velocidad del rotor de 343 rpm. El dispositivo de cizallamiento es enfriado con hielo. El tiempo de residencia en el dispositivo de cizallamiento es menor de 1/2 minutos, calculado sobre la base de un volumen de alrededor de 4'8 litros en el dispositivo y una densidad del material de alrededor de 1,5. La mezcla de polvo contiene 56,9% de sesquicarbonato de sodio, 25,6% de tripolifosfato de sodio, 14,6% de almidón de tapioca, 1,7% de escamas de parafina, TiO_2 y perfume.

15

Ejemplo 6

Se repite substancialmente el Ejemplo 5 usando una velocidad total de alimentación de 626'5 kg por hora. Los tallarines expulsados tiene una temperatura de 70- 72°C y son alimentados, después de un envejecimiento de 3 a 5 minutos, al extrusor.

20

Ejemplo 7

Se repite substancialmente el Ejemplo 4, pero las dos placas intermedias con orificios son omitidas.

25

Ejemplos de un proceso en donde la mezcla fluida es mantenida continuamente en una forma fluida y caliente y continuamente bajo fuerzas de cizallamiento desde el mo-

30



mento de su formulación hasta su paso a través de la abertura de extrusión son dados abajo. En estos ejemplos el material fué sometido a fuerzas de cizallamiento intensivo en una porción del aparato y a menores, pero significativas, 5 fuerzas de cizallamiento durante el flujo subsiguiente a través de las porciones de descarga del aparato, (estas fuerzas de cizallamiento que acompañan al flujo del material pastoso bajo presión) y no había etapa durante su travesía a través del aparato en que el material estuviera en 10 un estado de reposo en el que pudiera tener la oportunidad de solidificarse. Incidentalmente, en estos Ejemplo, el tripolifosfato pentasodico en el material calentado que emerge de la abertura de descarga estaba en gran parte todavía sin hidratar y la reacción de hidratación que tenía lugar 15 durante el periodo de envejecimiento mientras el material se dejaba enfriar a la temperatura ambiente, ayudaba y aceleraba el endurecimiento de la barra.

Ejemplo 8

En este Ejemplo el aparato usado fué el de las figuras 8 a 18, teniendo una cavidad interna de alrededor de 20 90 cm. de largo, siendo el diámetro interno de cada uno de los círculos intersecantes de alrededor de 127 mm, extendiéndose las hélices del tornillo alimentador (4 vueltas en cada eje) alrededor de 200 mm. en cada eje, siendo los 25 ejes largos de las caras de las paletas casi de 127 mm de largo, y siendo los ejes cortos de alrededor de 50 mm. de largo, teniendo las paletas un espesor de 25 mm, y siendo la desviación entre las caras de las paletas de avance de 12-1/2°. La secuencia de las paletas (empezando desde el 30 extremo de alimentación y usando la designación "A" para

328199

30 SEP



las paletas de avance y la designación "N" para las paletas de no avance) era: 5A (significando 5 pares sucesivos de paletas de avance), 1N (significando un par de paletas de no avance), 3A, 1N, 4A, 1N, 5A, 1N, 5A, teniendo el eje largo de cada paleta una desviación de 45° (como se ha descrito anteriormente) desde los ejes largos de las paletas anteriores y sucesivas. El aparato fué continuamente alimentado con tres corrientes de material. Una corriente con la siguiente composición, era alimentada a la tolva a una velocidad de 352 kg por hora:

74 partes (12-1/4 %) de carbonato de sodio (grado comercial anhidro);

215 partes (35,8 %) de un sesquicarbonato de sodio (un hidrato);

186 partes (31 %) de tripolifosfato de sodio (grado comercial anhidro);

103 partes (17 %) de almidón de tapioca;

18 - 5/8 partes (3,1 %) de tolueno sulfonato sódico; más pequeñas cantidades de TiO₂ (anatasa) y perfume.

La composición anterior fué hecha mezclando en seco los ingredientes, en una forma finamente dividida, seguida de una pulverización.

Otra corriente, conteniendo ácido detergente, fué bombeada en el aparato a través de la lumbrera 79 (la cual conduce a la porción inferior de la sección que contiene las hélices del tornillo alimentador) a una velocidad de 133,5 kg por hora; esta corriente tenía la siguiente composición:

Acido tridecilo benceno sulfónico 96 % (del tipo de cadena ramificada, de los polimeros de propileno);

328 199

30 SEP.



Acido sulfúrico 2 %;

Humedad 1 %;

Productos derivados de sulfonación e impurezas 1 %.

La tercera corriente, conteniendo agua fría y un colorante
5 indicador azul, fué bombeada en el aparato a través de una
luzbrera 81 (la cual conduce a la porción inferior de la
sección que contiene las paletas, alrededor de 60 cm. des-
de la extremidad de descarga del aparato) a una velocidad
de 61 kg por hora; esta corriente tenía la composición
10 siguiente:

50 partes de agua;

0,05 partes del color azul del Ejemplo 1.

Una plancha de un material plástico pastoso con
241 mm. de ancho y 38 mm. de espesor fué descargada y reco-
15 gida continuamente del aparato. El tiempo medio de residencia
del material en el aparato era menor que 2 minutos (el volu-
men libre del aparato en sí, era de alrededor de 11,5 litros).
El proceso fué realizado continuamente durante alrededor de
1/4 de hora para normalizarlo. La plancha de material azul
20 uniformemente mezclada descarga después del aparato, a una
temperatura de 57 - 60° C.; fué dejada enfriar y endurecer
al aire y fué cortada después transversalmente en una for-
ma rectangular (alrededor de 100 mm. por 64 mm.) para formar
barras individuales que fueron prensadas después (como en
25 el Ejemplo 1) dentro de 1/2 a 3 horas después de la extru-
sión usando una presión de alrededor de 14 kg/cm² manom.
El contenido de agua de las barras (incluyendo agua de hidra-
tación) era de alrededor de 17 % y el peso específico del
material en planchas era de 1,57.

30 En el Ejemplo anterior, la velocidad de los ejes

328199



era tal que habia alrededor de 12.000 cortes de paleta por minuto; un "corte de paleta" ocurre entre las paletas de pares sucesivos cada vez que la paleta de un par, en un eje, pasa en una estrecha relación de cizallamiento con una paleta del otro par, en el otro eje; por ejemplo, en la figura 16, la paleta I, en el eje izquierdo y la paleta II en el eje derecho están comenzando a hacer un "corte". Con todos los pares de paletas desviados como se muestra en la figura 16 del dibujo, habrá 2 "cortes" por cada rotación completa; por ejemplo, con 26 pares de paletas el número de cortes de paletas por minuto será igual a las rpm del eje multiplicado por 52.

Ejemplo 9

15 Se repitió substancialmente el Ejemplo 8 pero la mezcla de sólidos no contenía carbonato de sodio, la corriente de ácido fué suministrada por la lumbrera 81 y el hidróxido de sodio acuoso fué suministrado por la lumbrera. 79.

Ejemplo 10

20 En este Ejemplo el aparato usado era similar al descrito en el Ejemplo 8, excepto que la secuencia de las paletas comenzando desde el extremo de alimentación era: 6A, 1N, 3A, 1N, 3A, 1N, 3A, 1N, 3A, 1N, 9A (estando el eje largo de cada paleta desviado como en el Ejemplo 8, 45° respecto de los ejes largos de las paletas anteriores y sucesivas, excepto que en las cinco últimas paletas, adyacentes al extremo de descarga, el ángulo de desviación era de 90°); y la descarga fué efectuada a través de un tubo de descarga lateral, 25 horizontal y rectangular, de alrededor de 50 mm. de ancho,

30



alrededor de 25 mm. de alto y alrededor de 300 mm. de largo, cuyos ejes largos estaban en ángulos rectos con los ejes de los árboles y conducía desde un punto de la porción inferior de la caja adyacente a las últimas paletas, estando situado en el lado de la caja donde las paletas tenían un movimiento hacia abajo. (La pared final del aparato en este caso fue construida para bloquear completamente cualquier descarga de material a través de dicha pared final; no se encontraban presentes tornillos de descarga 104).

10 La barra que emerge continuamente del tubo de descarga tenía una temperatura de alrededor de 862 C. Era extruida suavemente, reteniendo el corte transversal de la abertura de extrusión sin hundimientos importantes, y no era pegajosa. Después de enfriada fue cortada transversalmente para formar barras individuales.

Resultados similares fueron obtenidos cuando, en lugar de un tubo, de descarga de un corte transversal substancialmente uniforme a todo lo largo de su longitud, se empleaba un tubo de descarga de tipo cónico, convergente, cuyo corte transversal en su extremo de entrada era más grande que el de la abertura de extrusión.

Esta invención encuentra su mayor utilidad cuando la neutralización y cizallamiento intensivo son llevados a cabo juntos como se ha descrito previamente. Un otro aspecto de esta invención, sin embargo, el agente sintético aniónico neutralizado previamente y la sal mejoradora de detergencia son suministradas continuamente a la zona de cizallamiento intensivo continuo y allí son mezclados íntimamente y extruidos, siendo sometidos después al mismo proceso que se ha descrito aquí con anterioridad. En esta realización,

328 199

30



la neutralización previa del ácido detergente aniónico puede ser efectuada mezclándolo con el agente de neutralización, y la sal detergente resultante puede ser secada, por ejemplo por secado por pulverización, para producir

5 partículas finas que son añadidas al dispositivo de cizallamiento intensivo continuo con la sal mejoradora de detergencia. En este aspecto de la invención, como en el caso en que la neutralización y el cizallamiento intensivo son

llevados a cabo juntos, las sales mejoradoras de detergencia

10 pueden ser del tipo no-plástico corriente, a pesar de que no está fuera del amplio alcance de la invención el emplear sales mejoradoras de detergencia plásticas.

Ejemplos del procedimiento usando un material previamente neutralizado son dados abajo:

15

Ejemplo 11

41,2 partes de un detergente secado por atomización conteniendo 76,2 % de tridecilo benceno sulfonato sódico, 9,5 % de silicato de sodio, 10,8 % de sulfato de sodio, y

20 humedad fueron mezcladas con 22,4 partes de tripolifosfato de sodio, 12,3 partes de almidón de tapioca y 24 partes de bicarbonato de sodio. Una corriente de esta mezcla fué alimentada con una corriente de agua igual al 10,7 % de la alimentación total continuamente dentro de la tolva de un

25 dispositivo de cizallamiento idéntico al usado en el Ejemplo 1, excepto que una hilera formadora que tenía una abertura grande fué ajustada a la extremidad de descarga del dispositivo para que las hebras extruidas se unieran y fueran forzadas desde la hilera en la forma de una barra.

30 La temperatura del material extruido era de 54° C., como



resultado del calor de hidratación y del calor añadido por el cizallamiento intensivo; no se utilizó medio alguno de enfriamiento.

Ejemplo 12

5

Se repitió substancialmente el ejemplo 11 excepto que el aparato era como el del ejemplo 8 modificado de tal manera que la extremidad de descarga era a través de un pasadizo rectangular 102 de 50 x 25 mm, fuera de centro.

10

El material que emerge de la abertura de descarga retuvo la forma del corte transversal de dicha abertura sin hundimientos significativos, siendo el espesor, ancho y forma de la barra extruida substancialmente los mismos que la altura, ancho y forma de la abertura de descarga.

15

Se deberá entender que está desde luego dentro del amplio alcance de esta invención al habilitar el aparato ilustrado en las figuras 9 a 20 con una placa de extrusión de múltiples aberturas para que así se produzcan hebras semejando tallarines que pueden ser tratadas ulteriormente en la forma descrita previamente.

20

Como se ha mencionado previamente otro aspecto de esta invención se relaciona con la producción de barras de detergentes para lavar de una densidad más baja. El gas usado en el proceso es preferiblemente aire el cual es, obviamente, el más barato y el más disponible.

25

Está, sin embargo, dentro del amplio alcance de esta invención el emplear otros gases tales como el nitrógeno dióxido de carbono, etc.

30

El proceso no requiere presiones de inyección de

328 199 303



gas altas. Una disminución significativa en la densidad del producto ha sido obtenida aun cuando la presión del gas en el punto de inyección era solamente ligeramente superior a la atmosférica. Presiones muy por debajo de 5 7 kg cm² manon, es decir del orden de 1'4 a 4'2 kg/cm² manon, han dado excelente resultados.

Se ha encontrado que el tratamiento de gasificación produce una mezcla intima extruible que fluye facilmente a presiones bajas mecanicamente aplicadas pero conservando su forma después de la extrusión. 10

Preferiblemente el proceso de aireación es operado de tal manera que el material que está siendo alimentado a la zona de cizallamiento intensivo forma un tapón capaz de retener el aire inyectado dentro de esa zona y evita 15 substancialmente que el gas retroceda y abandone esa zona a través de la extremidad de alimentación. La operación con el aparato ilustrado en el dibujo y en la forma descrita en el siguiente ejemplo 13, usando detergente previamente neutralizado, evita eficazmente el retroceso del 20 aire; en tal operación las temperaturas cerca de la extremidad de alimentación de la zona de cizallamiento intensiva son generalmente relativamente bajas, usualmente más bajas que aquellas cerca de la extremidad de descarga, por lo que la mezcla adyacente a la extremidad de alimentación 25 es más resistente a fluir (es decir, más viscosa). Cuando se usa el procedimiento de neutralización continua, el retroceso del aire ocurrirá algunas veces probablemente debido al hecho de que el calor exotérmico es usualmente generado adyacente a la extremidad de alimentación, haciendo subir la temperatura allí y haciendo a los ingre- 30



dientes menos viscosos y menos susceptibles de formar un tapón que retenga el aire. Este efecto puede ser evitado o reducido por medio de modificaciones apropiadas para hacer la configuración, dimensiones y temperatura del material en el extremo de alimentación tales, que su resistencia al flujo del aire es aumentada. Por ejemplo, los bordes circunferenciales de las hélices del tornillo alimentador pueden ser anchas y planas en vez de afiladas, para así aumentar el área de contacto entre los bordes de las hélices y la pared interna estacionaria de la caja; otras disposiciones pueden ser usadas para cerrar más efectivamente el extremo de alimentación, es decir en lugar de la tolva abierta 18 puede haber un tubo cerrado de pequeño diámetro, con un tornillo alimentador operando dentro del mismo, dispuesto en un ángulo (es decir, alimentando hacia abajo a 90° respecto a los ejes 72).

Los siguientes ejemplos son dados para ilustrar aun más el tratamiento de aireación.

Ejemplo 13

Dentro de la tolva de un dispositivo como se ilustra en las figuras 8, 9 y 22, se alimentaron continuamente 275 kg por hora de una mezcla seca de detergente y sal mejoradora de detergencia (a través de la tolva 78) a la temperatura ambiente y 54 kg por hora de agua fría (a través de la lumbrera 81) conteniendo una cantidad mínima de un colorante azul, mientras se inyectaba continuamente aire dentro de las porciones inferiores de la mezcla resultante a una presión de 4.2 kg/cm^2 manon (medida justamente fuera de las lumbreras 82 y 83, a través de las cuales se

328199



5 suministraba el aire). La mezcla seca contenía 33,1% de alquilo lineal-benceno-sulfonato sódico (los radicales de alquilo lineales teniendo un promedio de 13 átomos de carbono y siendo alrededor de 15 mol % Cl₂, 55 mol % Cl₃ y 30 mol % Cl₄, conteniendo el substituyente de alquilo alrededor de un 20% de grupos de alquilo cuya unión con el benceno está en el carbono 2 del grupo de alquilo, teniendo el resto de sus grupos de alquilo la unión con el benceno en el átomo de carbono 3 o superior), 12,3% de 10 harina de tapioca, 32% de bicarbonato de sodio, 22,4% de tripolifosfato pentasódico (grado comercial anhidro), junto con pequeñas cantidades de perfume. Cada uno de los tornillos alimentadores emparejados estaba compuesto de 4 vueltas de hélice que se extendían alrededor de 200 mm 15 en los ejes, y la disposición de las paletas de ahí en adelante era 6A (significando 6 pares sucesivos de paletas de avance), 1N (significando un par de paletas de no avance), 3A, 1N, 3A, 1N, 3A, 1N, 3A, 5A. Todas las paletas estaban colocadas a 45° respecto de las paletas anteriores y sucesivas, con excepción de las últimas cinco paletas para las cuales el ángulo era de 90°. La lumbrera de inyección de agua 81 estaba en un punto alrededor de 225 mm. más adelante de la extremidad delantera de la sección de tornillo alimentador, una lumbrera de inyección de aire 82 estaba en un punto alrededor de 225 mm 20 más adelante de la lumbrera 81, y la segunda lumbrera de inyección de aire 83 estaba en un punto alrededor de 175 mm más adelante de la lumbrera 82, y dentro del tramo de la sección de 5 paletas con 90°. Las dimensiones de las 25 paletas y las holguras eran las descritas con anterioridad 30



en esta especificación. El tubo de descarga S' era rectangular, de alrededor de 2 pulgadas de ancho y alrededor de una pulgada de alto, y de 6 pulgadas de largo; este tubo extenso servía como una zona para compactar el material que se estaba extruyendo. La velocidad de rotación de los ejes era de alrededor de 175 rpm y correspondía a alrededor de 9500 "cortes de paleta" por minuto. El tiempo de residencia del material en el aparato era menor de 5 minutos (el volumen libre del aparato en sí era de alrededor de 11 litros). El material que emergía del tubo de descarga tenía una temperatura de alrededor de 54°C. Retenía la forma del corte transversal del tubo sin hundimiento significativo, siendo el espesor, ancho y forma de la barra extruida esencialmente los mismos que el espesor, ancho y forma de la abertura de extrusión. Después de dejarla enfriar y endurecer su densidad era de alrededor de 1,25.

Durante el funcionamiento no hubo indicación de escape de aire del aparato, ni por las juntas ni por la extremidad de alimentación. Aparentemente la presencia de la masa pastosa del material que estaba siendo hecho avanzar hacia la extremidad de descarga por la acción de los tornillos alimentadores y las paletas de avance, impedía que el aire retrocediera más allá de la extremidad de alimentación. Esta masa pastosa estaba a una temperatura más baja y por lo tanto era presumiblemente más resistente a fluir (más viscosa) que el material más largamente trabajado más cercano a la extremidad de descarga del aparato.

Aumentando la proporción de agua (es decir, a alrededor de 45 kg por hora) se obtuvieron productos con una

328199



densidad de alrededor de 1,15 y aun de alrededor de 1,07, después de endurecerlos a la temperatura ambiente.

En este ejemplo (como en los ejemplos siguientes), la hidratación de las sales hidratables (es decir, el tri-
5 polifosfato de sodio) en la mezcla era bastante incompleta durante el mezclado y extrusión; la hidratación que tenia lugar después, por reposo, contribuia a la dureza del producto. Esta hidratación parecio tener lugar substancialmente con uniformidad por toda la sección transversal de
10 la barra; en pruebas de penetración hechas sobre una barra, fabricada en una forma similar y envejecida durante un día a la temperatura ambiente después de envuelta, la penetración, medida en la superficie exterior de la barra, era de 2,0 mm lo que era igual a la penetración medida en una
15 superficie recientemente expuesta a alrededor de 8 mm de la superficie exterior de la barra envejecida durante un día (siendo expuesta la nueva superficie por medio de una cuidadosa separación por corte de una porción de la barra con una navajita de afeitar afilada, sin comprimir la su-
20 perficie). El material tibio que emergia de la boquilla de extrusión podia ser deformado facilmente, cediendo facilmente a la presión de los dedos, y no era pegajoso.

En estos ejemplos 13 al 17, el material era sometido a fuerzas de cizallamiento intensivo en una porción
25 del aparato y a menores, pero importantes, fuerzas de cizallamiento durante su flujo subsiguiente a través de las porciones de descarga del aparato (dichas fuerzas de cizallamiento que acompañan al flujo del material pastoso bajo presión), y no había lugar durante su travesia a través
30 del aparato en que el material estuviera en un estado de



reposo en el que tuviera oportunidad de asentarse.

Las presiones de extrusión generadas mecánicamente por el aparato de estos Ejemplos 13 al 17 (como por ejemplo, las presiones generadas cuando se está operando bajo
5 las mismas condiciones pero sin inyectar aire dentro del aparato fueron relativamente bajas; por ejemplo, el medidor de presión conectado a las lumbreras 82 y 83 indicaba una presión de alrededor de 2'8 - 3'5 kg/cm^2 cuando se cerraba el abastecimiento de aire).

10 Las bolsas de gas, o poros, en las barras eran microscópicos y bajo el microscopio parecían ser discretos y sin conexión; las barras estaban bastante libres, en todo su espesor, de poros que fueran de un tamaño tal como para ser visibles a simple vista.

15 La densidad de la barra recientemente endurecida era también substancialmente uniforme en todo su espesor.

Las medidas de penetración, antes mencionadas, fueron efectuadas con una aguja de un penetrómetro normalizada (hecha de un alambre con 10'4 mm. de diámetro con la
20 punta aguzada y rectificada a un ángulo de 128°) bajo una carga de 151 gramos, tomándose la lectura 16 segundos después de aplicar la carga.

Ejemplo 14

25 El aparato mostrado en las figuras 8, 7 y 18 fué usado para un proceso de neutralización continuo (siendo el agente neutralizante carbonato de sodio, suministrado, con la mezcla de sólidos, mezclado con sesquicarbonato de sodio, tripolifosfato y almidón). La corriente de ácido
30 detergente fué alimentada por la lumbrera 79, el agua

328199



por la lumbrera 81 y el aire por las lumbreras 82 y 83. Una plancha continua del material fué extruida; después de enfriada y endurecida su peso específico era de 1,39; fué cortada en barras de lavar individuales y prensadas

5

Ejemplo 15

Se utilizó un aparato como el del Ejemplo 13 para un proceso de neutralización continuo con carbonato de sodio. Se inyectó continuamente aire bajo una presión de alrededor de 4,15 kg/cm² manom. a través de las lumbreras 82, 83. La barra que emerge continuamente del tubo de descarga tenía una temperatura de alrededor de 85° C. Era extruida suavemente, reteniendo el corte transversal de la abertura de extrusión sin hundimiento significativo, y no era pegajosa. Después de enfriada se cortó transversalmente para formar barras individuales.

15

La densidad de las barras era de alrededor de 1,3.

Ejemplo 16

Se repitió substancialmente el Ejemplo 15, pero se omitió el carbonato de sodio en la mezcla de sólidos y una solución acuosa de NaOH fué suministrada por la lumbrera 79, siendo añadido el ácido detergente por la lumbrera 81.

20

Ejemplo 17

Se repitió substancialmente el Ejemplo 15, pero la disposición de las paletas era de: 3A, 1N, 3A, 1N, 1A, 1N (después de lo cual la secuencia de 1A, 1N era repetida 11 veces más), la corriente de sólidos tenía la siguiente composición, siendo todos los ingredientes anhidros:

25

30

328199



16,9 % de ceniza de sosa
40,7 % bicarbonato de sodio
5,8 % de fosfato trisódico
28,6 % de tripolifosfato de sodio
3,5 % de sulfato de sodio
0,6 % de carboximetilcelulosa
0,3 % de cloruro de sodio
3,1 % de isopropanolamida laurica-mirística

5
10
15
20
25
30

G. S. de perfume,

y era suministrado aire a través de la lumbrera 85 a una presión de unos 0,84 kg/cm² superior a la presión generada mecánicamente por el aparato (es decir, la presión generada cuando se opera bajo las mismas condiciones pero sin inyección de aire, presión mecánicamente generada que era del orden de alrededor de 1,75 kg/cm² manom. en este Ejemplo). El material fué descargado a una temperatura de 85° C a través del tubo de descarga el cual, en este caso, estaba también calentado externamente por un calentador eléctrico pequeño. La barra extruida tenía una densidad de alrededor de 1,4, tenía un contenido de material aniónicamente activo (como se determina por el procedimiento convencional de valoración con un agente catiónico) de 20 % y un contenido de humedad de 10 - 1/2 %.

30

Los Ejemplos anteriores 13 - 17 se han referido a los procesos en donde se ha inyectado una corriente de aire. El aire también puede ser introducido en otras formas; por ejemplo, partículas huecas secadas por atomización o pulverización, o globulos, de una estructura bien conocida, de un detergente preneutralizado (es decir benceno sul-

328199



fonato de alquilo, que puede ser mezclado con silicato de sodio) pueden ser usadas como el material alimentador detergente bajo condiciones tales que el aire contenido dentro de estas partículas (es decir, aire encerrado en las partículas) es en gran parte retenido dentro de la masa del material que está siendo mezclado; operando de esta manera, sin la inyección de una corriente de aire, usando substancialmente el mismo proceso y formulación básica que se describe en el Ejemplo 13, y empleando partículas huecas secadas por atomización como alimentación de detergente, se producen barras con densidades de 1,35 - 1,4.

Tipicamente, un corte transversal de la barra aireada (tal como una superficie expuesta por medio de un corte cuidadoso) aparece, bajo el microscopio, como un agregado de material relativamente suelto que incluye cristales de una sal mejoradora de detergencia y granos de almidón (cuando el almidón se usa como componente) con numerosos espacios o intersticios discretos distribuidos por toda la masa, siendo algunos de los intersticios tan pequeños como los granos de almidón (10 - 15 micras en diámetro) y otros, menos numerosos, siendo considerablemente más grandes (es decir 20 veces el diámetro de los granos de almidón). Los cristales más grandes son del orden de 200 - 300 micras de largo y alrededor de 20 - 30 micras de ancho, y hay numerosos cristales de un tamaño mucho menor.

En el uso del aparato de las figuras 8 - 22 se han obtenido hasta ahora los mejores resultados cuando la velocidad es tal que da alrededor de 7.000 - 11.000 cortes de paleta por minuto.

La presente solicitud que corresponde a la presentada

328199



en Estados Unidos de America el 2 de julio de 1.965 con el número 469.144, el 26 de noviembre de 1.965 con el número 509.803; el 21 de febrero de 1.966 con el número 529.087 y el 21 de febrero de 1.966 con el número 529.161 se acoge a
5 los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

N O T A

10

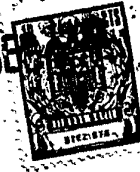
Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta Solicitud de Patente de Invención en España por VEINTE años son los siguientes:

12.- Un procedimiento para la fabricación de composiciones detergentes mejoradas, coherentes y sólidas, que
15 contienen un detergente sintético aniónico y una proporción de una sal sólida mejorada de detergencia, soluble en agua, en exceso de la cantidad de dicho detergente, que comprende alimentar continuamente una forma ácida de dicho detergente
20 aniónico, la sal sólida mejoradora de detergencia en exceso, y un agente neutralizante alcalino para dicho ácido a una zona en donde los materiales de alimentación son continua e intensamente cizallados juntos, haciendolos avanzar continuamente a través de dicha zona; y descargar continuamente
25 te una mezcla íntima plástica de detergente sintético aniónico neutralizado y sal sólida mejoradora de detergencia, desde dicha zona.

22.- Un procedimiento como el de la reivindicación
1 en donde el tiempo de residencia en dicha zona es menor de 10 minutos y en donde la plasticidad de la mezcla en dicha
30

328199

30 SEP



zona es aumentada por una subida de su temperatura que resulta del calor de la reacción de neutralización durante dicho cizallamiento, y dicha mezcla plástica es continuamente extruida en una condición plástica caliente desde dicha zona.
5 na.

3^a.- Un procedimiento como el de la reivindicación 1 ó 2 que incluyen las operaciones de extruir continuamente la mezcla desde dicha zona en forma de perfiles finos, endurecer las superficies de dichos perfiles, densificar dichos
10 perfiles endurecidos y después extruir el material para darle la forma de una barra por extrusión.

4^a.- Un procedimiento como el de la reivindicación 3 en donde la temperatura de la mezcla en dicha zona es elevada por el calor de la neutralización y en donde dichos
15 perfiles, que tienen un espesor de hasta alrededor de 6 mm., son extruidos desde dicha zona en una condición plástica caliente, siendo endurecidas dichas superficies por enfriamiento de dichos perfiles antes de densificar el material.

5^a.- Un procedimiento como el de la reivindicación 20 1 ó 2, y que incluyen los pasos de alimentar continuamente una sal mejoradora de detergencia sólida, soluble en agua y finamente dividida, en dicho exceso para formar una mezcla de dicha sal, dicho detergente y agua, en cantidad suficiente para plastificar dicho detergente, cizallar intensa-
25 y continuamente, juntos, los ingredientes de dicha mezcla para formar una mezcla fluida caliente y hacer avanzar continuamente dichos ingredientes a través de dicha zona, extruir dicha mezcla fluida caliente a través de una abertura de extrusión de tamaño tal que dicha mezcla es extruida con-
30 tinuamente desde dicha abertura de extrusión como una masa



cuya sección transversal tiene un espesor de por lo menos alrededor de 19 mm. y un área de por lo menos alrededor de 13 cm² siendo mantenida dicha mezcla fluida continuamente en una condición fluida y continuamente bajo fuerzas de cizallamiento desde el momento de la formación de dicha
5 mezcla hasta su paso a través de dicha abertura de extrusión, endurecer dicha masa extruida y subdividir dicha masa en barras de detergente para lavar.

6^a.- Un procedimiento como el de la reivindicación
10 5 en donde la mezcla abandona dicha abertura de extrusión dentro de alrededor de 1 minuto después de abandonar la zona de cizallamiento intensivo, dicha mezcla extruida contiene sales mejoradoras de detergencia parcialmente hidratadas preferiblemente tripolifosfato pentásodico
15 parcialmente hidratado, ocurriendo la hidratación de dichas sales durante el endurecimiento de dicha masa extruida y contribuyendo a dicho endurecimiento.

7^a.- Un procedimiento para la fabricación de composiciones detergentes mejoradas, coherentes y sólidas, espe-
20 cíficamente una barra de detergente sólida mejorada conteniendo un detergente sintético aniónico y una sal sódica inorgánica mejoradora de detergencia, soluble en agua, en una cantidad en exceso de la cantidad de dicho detergente, que comprende alimentar continuamente dicho detergente y
25 dicha sal en exceso a una velocidad substancialmente constante por una de las extremidades de una zona alargada, y descargar una mezcla de dicha sal y dicho detergente por la extremidad opuesta de dicha zona alargada, cizallar intensivamente la sal sólida y el detergente juntos en dicha
30 zona forzando una mezcla de dicha sal y detergente entre

328199



dos superficies de cizallamiento que se mueven relativamente en dicha zona, siendo por lo menos una de dichas superficies una superficie inclinada con movimiento rotativo que se aplica a dicha mezcla y empuja dicha mezcla hacia la
5 extremidad de descarga de dicha zona, estando inclinada dicha superficie inclinada con respecto a la dirección longitudinal del flujo de la mezcla en dicha zona, siendo la distancia entre dichas superficies de cizallamiento que se mueven relativamente menor de 5 mm. y siendo la
10 velocidad de su movimiento relativo por lo menos de 30 cm. por segundo, girando dicha superficie en movimiento a una velocidad de por lo menos 50 rpm. y dándole continuamente a la mezcla descargada desde dicha zona la forma de una barra.

15 8ª.- Un procedimiento como el de cualquiera de las reivindicaciones 1 - 7 en donde la energía de cizallamiento en dicha zona es por lo menos 0,11 c.v. al freno por kg.

20 9ª.- Un procedimiento para la fabricación de composiciones detergentes mejoradas, coherentes y sólidas, específicamente barras de detergente para lavar que tienen densidades relativamente bajas y que contienen detergente sintético aniónico y una sal mejoradora de detergencia en una proporción mayor que la proporción de detergente, que comprende hacer pasar una mezcla de dicho detergente, sal
25 inorgánica y agua, en un estado plástico, continuamente a través de una zona de cizallamiento intensivo en presencia de gas para dispersar el gas por toda la mezcla plástica que pasa a través de dicha zona, extruir la mezcla gasificada de dicho detergente, sal inorgánica, agua y gas
30 como una barra continua y cortar dicha barra continua en

328199



barras de lavar.

10^a.- Un procedimiento como el de la reivindicación 9, que comprende el alimentar continuamente una sal sólida mejoradora de detergencia, finamente dividida, en dicha alta proporción y después formar continuamente dicha mezcla de dicha sal finamente dividida, hacer avanzar continuamente dicha mezcla a través de dicha zona y extruir continuamente la mezcla gasificada a través de una abertura de extrusión de tamaño tal que dicha mezcla es extruida continuamente desde dicha abertura de extrusión como una masa cuya sección transversal tiene un espesor de por lo menos alrededor de 19 mm. y un area de por lo menos alrededor de 13 cm² siendo mantenida dicha mezcla continuamente en una condición fluida y continuamente bajo fuerzas de cizallamiento desde el momento de la formación de dicha mezcla hasta su paso a través de dicha abertura de extrusión.

11^a.- Un procedimiento como el de la reivindicación 9 ó 10 y que incluye los pasos de inyectar aire dentro de dicha zona a una presión superior a la atmosférica y mayor que la presión generada mecánicamente en dicha zona, mientras evita substancialmente el escape de aire desde el extremo de alimentación de dicha zona formando con los materiales que estásiendo alimentados a dicha zona, un tapón capaz de retener el aire inyectado dentro de dicha zona.

12^a.- Un procedimiento como el de cualquiera de las reivindicaciones 9 - 11 en donde es inyectado aire dentro de dicha zona a una presión de hasta alrededor de 7 kg/cm² manometricos.

13^a.- Un procedimiento como el de la reivindicación

328199



12 en donde la presión de aire es de alrededor de 1'4 a 7 kg/cm² manom.

5 14^a.- Un procedimiento como el de cualquiera de las reivindicaciones 9 - 13 en donde la extrusión se produce bajo una presión aplicada mecánicamente por debajo de 7 kg/cm² manom.

10 15^a.- Un procedimiento como el de cualquiera de las reivindicaciones 9 - 14 en donde el material abandona la abertura de extrusión dentro de dos minutos después de dejar la zona de cizallamiento intensivo.

15 16^a.- Un procedimiento como el de cualquiera de las reivindicaciones 9 - 15 en donde el material abandona dicha salida de extrusión dentro de un minuto después de dejar la zona de cizallamiento intensivo, teniendo lugar dicha extrusión bajo una presión aplicada mecánicamente por debajo de alrededor de 4,2 kg/cm² manom.

20 17^a.- Un procedimiento para la fabricación de composiciones detergentes mejoradas, coherentes y sólidas, específicamente barras de detergente sintético para lavar conteniendo un detergente sintético aniónico y una proporción de sal sólida mejoradora de detergencia en exceso de la cantidad de dicho detergente, que comprende alimentar continuamente una sal mejoradora de detergencia finamente dividida, soluble en agua, en dicho exceso a una zona en donde se forma una mezcla de dicha sal, dicho detergente y agua, en una
25 cantidad suficiente para plastificar dicho detergente, y en donde los ingredientes de dicha mezcla son continuamente e intensamente cizallados juntos, para formar una mezcla fluida y que es hecha avanzar continuamente a través de
30 dicha zona, teniendo dicha zona un par de ejes paralelos



substancialmente horizontales colocados simetricamente con respecto a un plano central imaginario, girando ambos de dichos ejes en la misma direcci3n y teniendo una serie de salientes o proyecciones emparejados mezcladores y cizalladores, colocados a lo largo de dichos ejes, estando
5 construidos y colocados dichos salientes emparejados para que durante la rotaci3n de dichos ejes dichos salientes froten las superficies unos de los otros y las paredes interiores de dicha zona, y descargar la masa mezclada
10 en una condici3n plástica continuamente a trav3s de un pasadizo de descarga.

18^a.- Un procedimiento como el de la reivindicaci3n 17 en donde la masa mezclada es extruida en una condici3n plástica a trav3s de dicho pasadizo de descarga en una direcci3n transversal a dichos ejes.
15

19^a.- Un procedimiento como el de la reivindicaci3n 18 en donde dicha direcci3n es transversal a dicho plano central.

20^a.- Un procedimiento como el de la reivindicaci3n 17 en donde la masa mezclada es extruida en una condici3n plástica a trav3s de dicho pasadizo de descarga en una direcci3n a lo largo de dichos ejes, estando dicho pasadizo en el lado de dicho plano en donde los salientes en movimiento tienen una componente hacia arriba.
20

21^a.- Un procedimiento como el de cualquiera de las reivindicaciones 1 - 20 en donde una corriente continua de la forma ácida de dicho detergente anionico es alimentada a dicha zona y es continuamente neutralizada allí.
25

22^a.- Un procedimiento como el de la reivindicaci3n 21 en donde una corriente separada y continua de una solu-
30

328199



ción acuosa de hidroxido de metal alcalino preferiblemente hidroxido de sodio, es alimentada a dicha zona.

5 23ª.- Un procedimiento como el de la reivindicación 22 en donde dicho hidroxido de metal alcalino es puesto en contacto con dicha sal mejoradora de detergencia antes del contacto inicial entre dicha sal y la forma ácida líquida de dicho detergente aniónico.

10 24ª.- Un procedimiento como el de la reivindicación 21 en donde dicha sal mejoradora de detergencia comprende un bicarbonato o un carbonato, y la cantidad, caracter y concentración del agente neutralizante es suficiente para hacer que reaccione preferentemente dicha forma ácida con un agente neutralizante en dicha zona sin una liberación substancial de dióxido de carbono.

15 25ª.- Un procedimiento como el de cualquiera de las reivindicaciones 21 o 24 en donde dicho agente neutralizante es alimentado como un sólido con dicha sal mejoradora de detergencia y una corriente de agua es agregada continuamente a dicha zona, poniendose en contacto dicha corriente de agua con dicha sal mejoradora de detergencia
20 después del contacto inicial entre dicha sal mejoradora de detergencia y dicha forma ácida.

25 26ª.- Un procedimiento como el de cualquiera de las reivindicaciones 7 y 21 - 25 en donde la forma ácida de detergente aniónico es un ácido sulfónico con una cadena alifática de 8 a 20 átomos de carbono.

30 27ª.- Un procedimiento como el de cualquiera de las reivindicaciones 21 - 26 en donde la barra es extruida como una mezcla que contiene sales mejoradoras de detergencia parcialmente hidratadas y en donde la hidratación de

328 199



dichas sales ocurre durante el endurecimiento de la barra extruida y contribuye a él.

28^a. - Un procedimiento como el de cualquiera de las reivindicaciones 21 - 27 en donde el detergente aniónico comprende un benceno sulfonato de alquilo superior.

29^a. - Un procedimiento como el de cualquiera de las reivindicaciones anteriores en donde la mezcla contiene almidón en una cantidad suficiente para dar una proporción de alrededor de 5 a 20% en la barra terminada.

10 30^a. - Un procedimiento como el de cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que la barra se forma de manera que tenga una densidad en el margen de alrededor de 1,1 a 1,4 y bolsas microscópicas.

15 31^a. - Un procedimiento como el de la reivindicación 30, en el que la barra contiene cristales de tripolifosfato pentasódico hidratado, habiendo ocurrido una parte substancial de la hidratación de dicho tripolifosfato de sodio después de la formación de dichas bolsas.

20 32^a. - Un procedimiento como el de las reivindicaciones 30 ó 31, en el que dicha barra contiene alrededor de 45 a 65 % de una mezcla de tripolifosfato de sodio y bicarbonato de sodio o sesquicarbonato de sodio, y alrededor de 4 a 25 % de agua, junto con un alquilo superior benceno sulfonato sódico.

25 33^a. - Un procedimiento como el de cualquiera de las reivindicaciones 30 - 32 en el que están distribuidas dichas bolsas substancialmente por la totalidad de dicha barra, estando dicha barra substancialmente libre de poros microscópicos.

30 34^a. - Un procedimiento para la fabricación de com-

328199



posiciones detergentes mejoradas.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede representado en los dibujos que se acompañan y para los fines que se han especificado.

5 Esta Memoria consta de setenta hojas escritas a máquina por una sola cara.

5 ABR 1967

Madrid,

P.A.

Alberto de Elzaburu
Por Poder

3281993

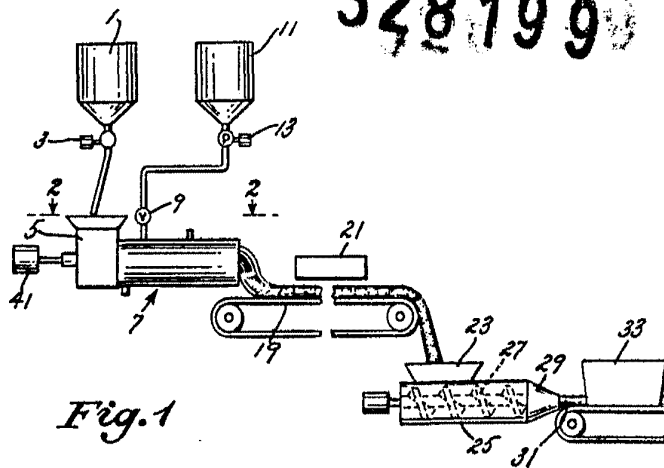


Fig. 1

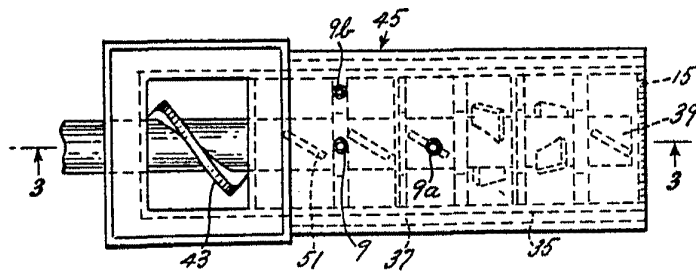
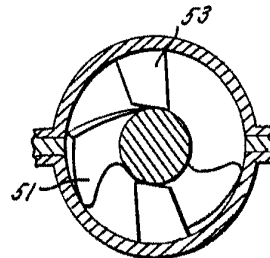
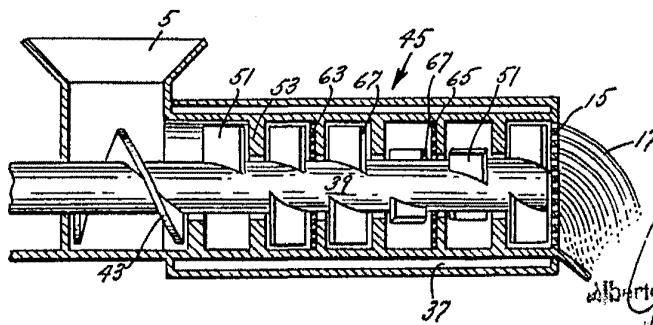


Fig. 2

Fig. 3



Alberto di Francesco Fig. 4

328 199

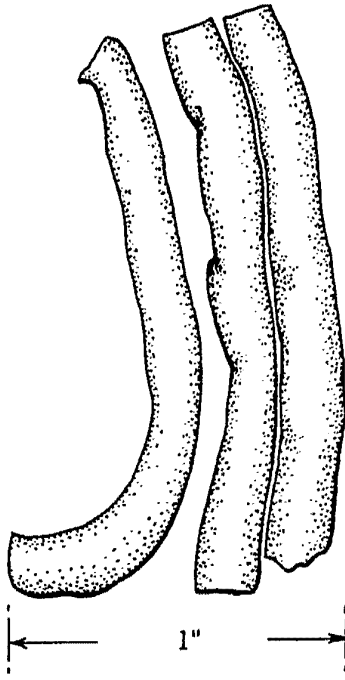


Fig. 5

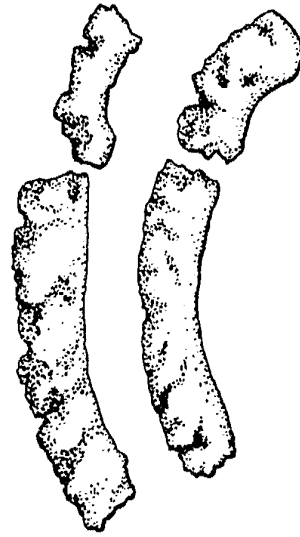


Fig. 6

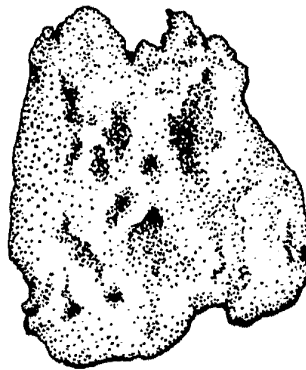
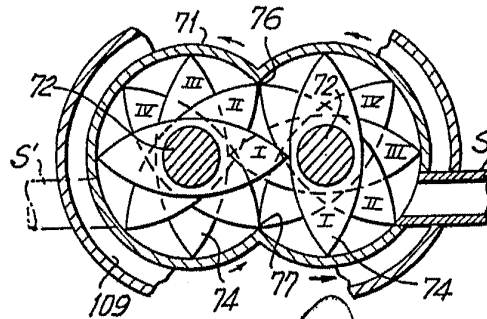
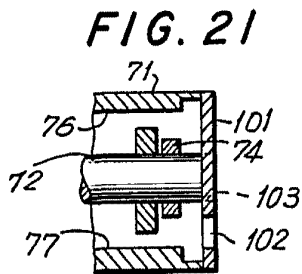
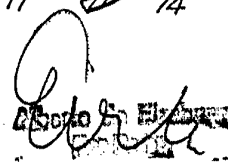
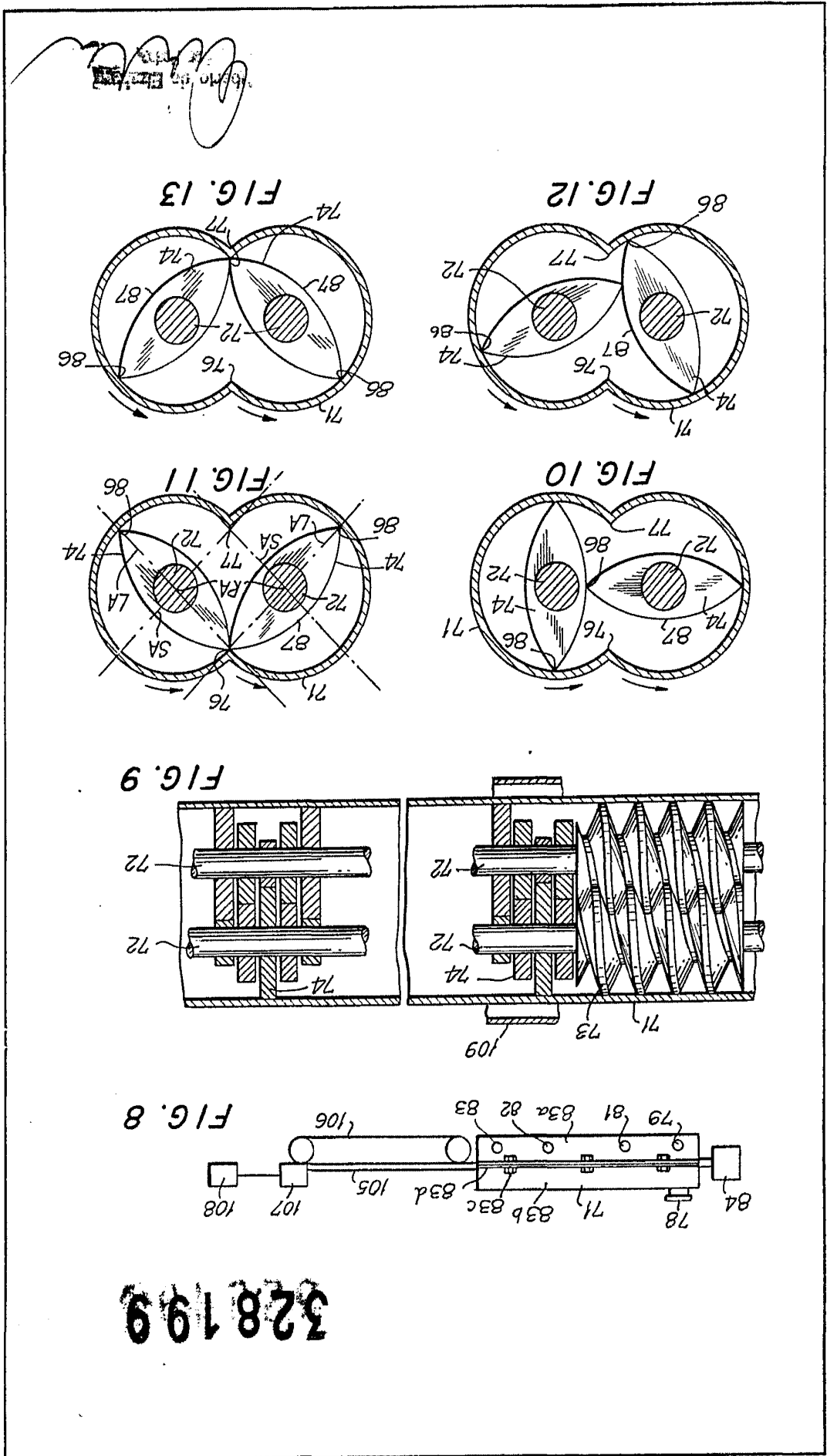


Fig. 7

FIG. 22

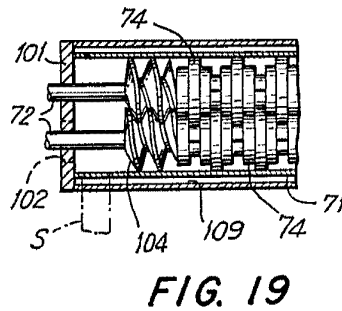
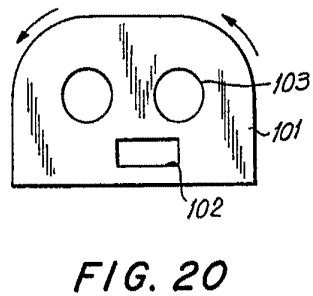
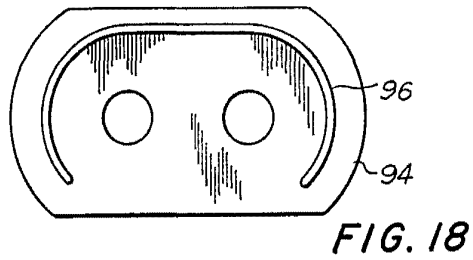
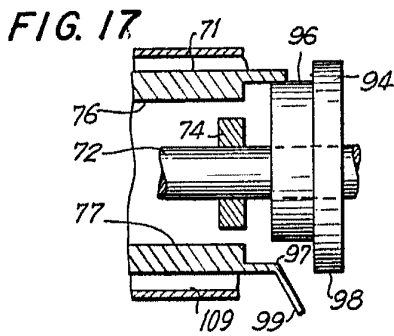
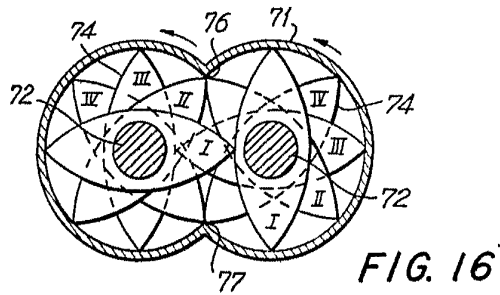
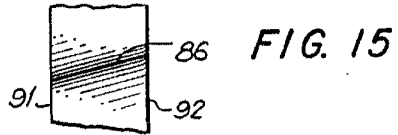
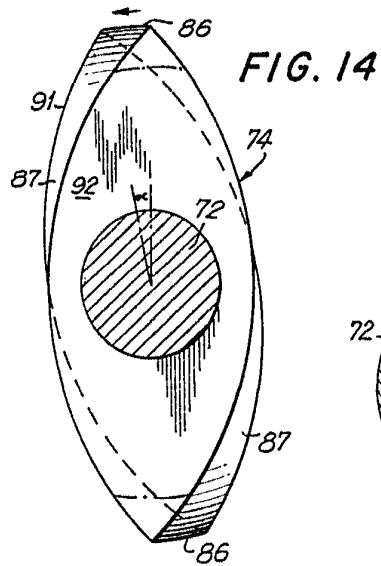



 COLGATE-PALMOLIVE COMPANY
 NEW YORK, N. Y.





328199



Carroll
 Carrol & Co. Inc.