



330625

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de una

PATENTE DE INTRODUCCION

SOLICITANTE: UNILEVER N.V.

RESIDENCIA: Museumpark 1, ROTTERDAM, HOLANDA.-

ENUNCIADO: "PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE UNA
COMPOSICION DETERGENTE SECADA POR
PULVERIZACION".-

Prioridad: Patente n.º del



1 La presente invención se relaciona con un procedi
miento de preparacion de una composición detergente y más
particularmente con un procedimiento de preparacion de -
una composición detergente secada por pulverización, que
5 contiene jabón.

En la producción de composiciones detergentes se-
cadas por pulverización que contienen materiales no ióni-
cos como componentes activos, los surfactantes no iónicos
tienden frecuentemente a separarse en la mezcladora o en
10 el tanque de almacenamiento relevador usado para asegurar -
una alimentación continua a la torre de secado por pulveri-
zación. Tal separación hace que las composiciones secadas
por pulverización carezcan de uniformidad. Además, la hete-
rogeneidad de la suspensión separada a su paso a través de
15 las toberas de la torre tiene por resultado la formación -
de muchas masas densas que contienen surfactante no iónico
en cantidad insuficiente para proporcionar la necesaria di-
latación de las partículas, teniendo así por resultado un
producto dotado de una gravedad específica indeseablemente
20 elevada.

Estas dificultades, así como otras expuestas más -
adelante, han sido vencidas mediante la inclusión de una -
pequeña cantidad de jabón en la composición detergente no
iónica de la presente invención, secada por pulverización
25 y de bajo espumado.

La composición de la presente invención comprende
del 5 al 15% en peso aproximadamente de los surfactantes no
iónicos Pluronic L-64 más Oronite Dispersant NIW. Preferi-
blemente, la composición contiene un 10% aproximadamente -
30 de Pluronic L-64 y un 1% aproximadamente de Oronite Disper



1 sant NIW. El Pluronic L-64 es un compuesto que tiene la -
fórmula empírica $HO-(C_2H_4O)_a(C_2H_6O)_b(C_2H_4O)_cH$, preparado -
por condensación de óxido etilénico con una base hidrofóbi-
ca formada por la condensación de óxido propilénico con -
3 glicol propilénico, en cuya fórmula b es 26-30. El peso mo-
lecular de la unidad básica $(C_3H_6O)_b$ es aproximadamente de
1501 a 1800 y a más c es un número entero tal que la molé-
cula contenga del 40 al 50% de óxido etilénico. El Oronite
10 Dispersant NIW es un fenol polipropileno-alquílico que pro-
media un tetradecilo en el radical alquílico, condensado -
con óxido etilénico a un promedio de nueve grupos de óxido
etilénico.

La composición contiene también del 0,2 al 2,0% -
aproximadamente, en peso, de un jabón que es una sal de uno
15 o más de los ácidos grasos saturados o insaturados que tie-
nen un grupo acilo de 8 a 22 átomos de carbono aproxima-
damente, con un metal alcalino, tal como sodio, y puede in-
cluir, por ejemplo, las sales metálicas alcalinas del áci-
do mirístico, ácido palmítico, ácidos grasos de sebo y áci-
dos grasos de aceite de coco.
20

La composición contiene también una proporción de
hasta el 10% aproximadamente de agua, preferiblemente el 4
% aproximadamente, así como un reforzador, tal como tripoli-
fosfato pentasódico y reforzadores suplementarios solu-
bles en agua, tales como carbonato sódico u otras sales -
25 inorgánicas alcalinas, silicato sódico y sulfato sódico. -
Del 20 al 50% aproximadamente en peso de tripolifosfato -
pentasódico puede emplearse, aunque es preferible un 39% -
aproximadamente del mismo. El carbonato sódico u otro con-
30 tenido en sal inorgánica alcalina, para suministrar un ál-



26

1 cali de reserva en las operaciones de lavado de la composición, pueden variar entre el 10 y el 20% en peso aproximadamente, siendo preferible un 17% aproximadamente.

5 El silicato sódico se usa por su conocida propiedad de disminuir el grado de corrosión de los metales comúnmente expuestos a una solución de la composición detergente en aplicaciones de lavado. Es preferible limitar este componente a una cantidad efectiva para la finalidad antes mencionada, pero que al mismo tiempo no sea tan elevada -
10 que se obtengan soluciones de lavado excesivamente turbias. La absorción de dióxido de carbono de la atmósfera durante el almacenamiento comercial de productos que contengan silicatos, tiende a causar la formación de sílice libre, que es insoluble en agua y forma soluciones turbias. Puede emplearse del 5 al 15% aproximadamente en peso de silicato -
15 sódico, siendo preferible un 11% aproximadamente. Es también preferible usar los silicatos solubles más alcalinos, tales como por ejemplo los que tienen unas relaciones entre SiO_2 y Na_2O de 2,4:1 ó 2,0:1.

20 El rellenedor salino neutro, sulfato sódico, completa esencialmente el resto de la composición, aunque la composición detergente puede contener proporciones menores de un tinte y sales de celulosa carboximética o celulosa carboximetil-hidroxietílica. Generalmente se añade a la -
25 composición un 0,5% aproximadamente de celulosa carboximetil-hidroxietílica. Generalmente, puede añadirse a la composición un 0,05% aproximadamente de un tinte fluorescente, como la sal disódica del ácido 4,4'-bis(4-fenilamino)2,2'-estilbenedisulfónico.

30 La composición detergente secada por pulverización



1 se prepara mezclando sus componentes en una suspensión acuosa en un mezclador durante unos 30 minutos. La suspensión acuosa posee un bajo contenido en agua, es decir del 12 al 20% aproximadamente, y una temperatura relativamente elevada, de 185°F (85°C) aproximadamente. El agua efectiva empleada se selecciona a un nivel tan bajo como sea posible y compatible con la obtención de una mezcla viscosa bombeable usando cualquier combinación particular de reforzadores inorgánicos y rellenos deseados. Luego se bombea la suspensión a un tanque de almacenamiento relevador, desde el que se alimenta continuamente a una torre de secado por pulverización, que tiene una temperatura de entrada de aire de 490°F (254,5°C) aproximadamente. En la torre, la composición es secada por pulverización en un polvo libremente fluído que posee un contenido en humedad inferior al 10% aproximadamente, y de modo preferible del 4% aproximadamente, y una gravedad específica no superior a 0,4 g por cm³ aproximadamente, y de 0,3 g por cm³ preferiblemente.

15
20 La presencia de jabón en la composición detergente impide que sus componentes se separen en el mezclador o en el tanque de almacenamiento relevador provisto de agitadores en lento movimiento, pero que ejercen evidentemente una acción emulsionadora sobre aquéllos. Por consiguiente, la composición detergente secada por pulverización es uniforme y libremente fluída. Además, la presencia de jabón en la composición detergente permite controlar la gravedad específica de la misma, puesto que se observó que un incremento en el contenido en jabón producía una disminución en la gravedad específica del producto secado por pulverización. Un exámen microscópico de las partículas del produc-

25
30



1 to secado por pulverización demostró que al incrementarse
el contenido en jabón de la composición detergente, las -
partículas del producto secado por pulverización resulta--
3 ban más hinchadas y por consiguiente eran más ligeras y te
nían menor gravedad específica.

Los datos que muestran estas propiedades de la com
posición detergente, debido a la presencia de jabón en la
misma, se indican más adelante en los ejemplos 1 a 5 de la
10 tabla I, en la que las cantidades de los componentes de la
composición se dan como porcentajes en peso sobre una base
en seco. La composición detergente del ejemplo I no contie
ne jabón, mientras que las composiciones de los ejemplos 2
a 5 contienen cantidades crecientes de jabón, permanecien-
do constantes las cantidades de los demás componentes, a -
15 excepción de una disminución en el contenido en sulfato só
dico, correspondiente al incremento en el contenido en ja-
bón.

Puede verse fácilmente que en el ejemplo 1, en el
que la composición detergente no contenía jabón, la suspen
20 sión acuosa era heterogénea y que el producto secado por -
pulverización carecía de uniformidad y tenía una gravedad
específica demasiado elevada. Sin embargo, en los ejemplos
2 a 5, en los que se añadió jabón a la composición, la sus
pensión acuosa era homogénea y el producto secado por pul-
25 verización era uniforme y tenía una baja gravedad específi
ca, que podía controlarse fácilmente.

Los surfactantes no iónicos, el Pluronic L-64 y el
Oronite Dispersant NIW, y las composiciones detergentes -
que los contienen son suficientemente solubles en agua a -
30 temperaturas más bajas, tales como de 120 a 140°F (48,8°C



1

a 60°C) aproximadamente, para producir soluciones sustan--
cialmente claras a una concentración típica de uso. Sin em
bargo, son menos solubles tanto en agua dura como blanda a
las superiores temperaturas usadas en el lavado, tales co-
mo de 140 a 190°F (60°C a 87,7°C) aproximadamente, de mane
ra que estos materiales no iónicos se separan de tales so-
luciones calentadas como gotas diminutas suspendidas que -
forman soluciones turbias. Esto se ilustra claramente en -
los siguientes ejemplos 6 a 8, en los que los porcentajes
son en peso.

5

10

15

20

25

30

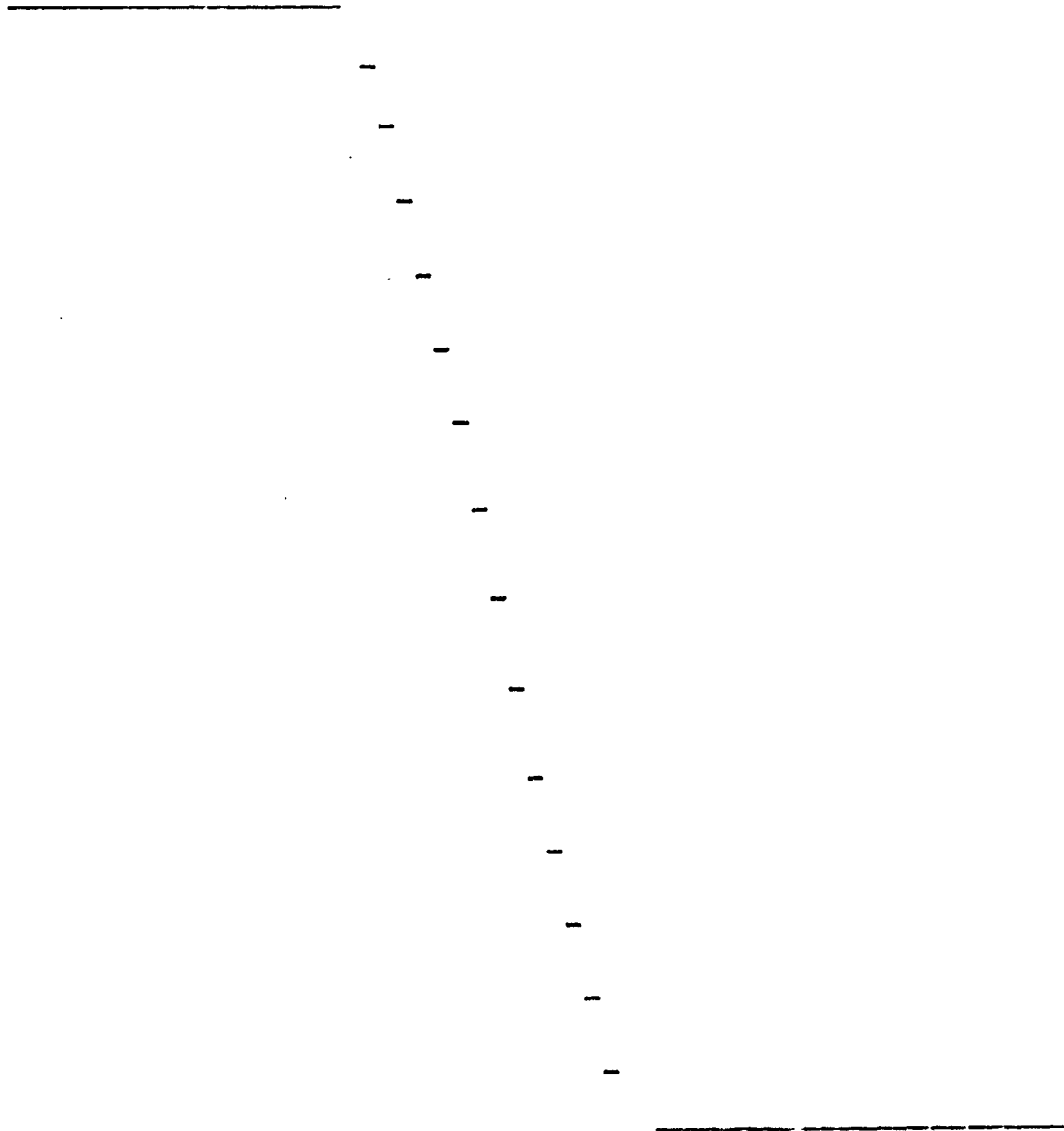




TABLA I

Ejemplo No.	1	2	3	4	5
Fluronic I-64	9,72	9,72	9,72	9,72	9,72
Oronite Dispersant NIW	1,39	1,39	1,39	1,39	1,39
Tripolifosfato pentasódico	38,89	38,89	38,89	38,89	38,89
Carbonato sódico	16,67	16,67	16,67	16,67	16,67
Silicato sódico	11,11	11,11	11,11	11,11	11,11
Celulosa carboximetil-hidroxi-etil-sódica	0,55	0,55	0,55	0,55	0,55
Jabón de sebo sódico anhidro	0,27	0,27	0,55	1,11	2,22
Sulfato sódico	21,62	21,35	21,07	20,51	19,42
Tinte fluorescente \times	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05
Datos operativos:	100	100	100	100	100
Contenido en agua de la suspensión	20%	20%	20%	20%	20%
Temperatura de la suspensión	185°F (85°C)	185°F (85°C)	185°F (85°C)	185°F (85°C)	185°F (85°C)
Temperatura de entrada de aire en la torre	490°F (236,6°C)	490°F (236,6°C)	490°F (236,6°C)	490°F (236,6°C)	490°F (236,6°C)
Tiempo de mezclado en el mezclador	30 minutos	30 minutos	30 minutos	30 minutos	30 minutos
Características de la suspensión	Heterogénea	Homogénea	Homogénea	Homogénea	Homogénea
Producto final:					
Gravedad específica (g/cm ³)	0,46	0,375	0,340	0,317	0,29
Porcentaje de humedad	3,8	1,8	1,6	2	1,6
Características del producto final	Libremen- te flui- do, no uniforme	Libremen- te flui- do, uni- forme.	Libremen- te flui- do, uni- forme.	Libremen- te flui- do, uni- forme.	Libremen- te flui- do, uni- forme.

\times La sal disódica del ácido 4,4'-bis-(4-fenilamino-6-(bis-2-hidroxi-etil))-amino-s-triazina-2-ilamino)-2,2'-estilbena-sulfónico.

1

5

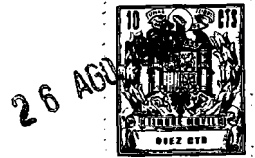
10

15

20

25

30



1

Ejemplo 6

Se añadió un litro de agua destilada a 3,0 g de la siguiente composición detergente secada por pulverización y la resultante solución fué calentada, efectuándose observaciones de su turbidez:

5

	<u>%</u>
Pluronic L-64	8,75
Oronite Dispersant NIW	1,25
Tripolifosfato pentasódico	35
Carbonato sódico	15
Silicato sódico	10
Celulosa carboximetil-hidroxietyl-sódica ..	0,5
Agua	10
Tinte fluorescente (igual que en el Ejemplo 1)	0,03
Sulfato sódico	<u>19,47</u>
Total	100

10

15

Las observaciones de la turbidez de esta solución al calentarse y enfriarse subsiguientemente, fueron las siguientes:

20

120°F (48,8°C).- Escasamente turbia; algunas partículas sin disolver.

130°F-140°F (54,4°C 60°C).- Algo más turbia que a 120°F (48,8°C).

25

160°F (71,1°C).- Ligeramente turbia; podía leerse una impresión a través de 100 mm de la solución.

170°F (76,6°C).- Turbia; podía leerse una impresión a través de 100 mm de la solución.

30

174°F (78,8°C).- Mas turbia; la impresión no podía leerse a través de 100 mm de la solución, pero podía distinguirse los objetos.



1 180°F (82,2°C).- Muy turbia; los objetos no podían verse a través de 100 mm de la solución.

 190°F (87,7°C).- Ligeramente más turbia que a 180 °F (82,2°C).

3 180°F a 150°F (82,2°C a 65,5°C).- Turbia; la im-- presión no podía leerse a través de 100 mm de la solución pero podían distinguirse los objetos.

 140°F a 130°F (60°C a 54,4°C).- Ligeramente más - clara que a 150°F (65,5°C), pero todavía turbia; la impre-
10 sión no podía leerse a través de 100 mm de la solución, - pero podían distinguirse los objetos.

 120°F (48,8°C).- Mucho más clara que a 130°F (54,4 °C); la impresión podía leerse a través de 100 mm de la - solución.

15 118°F (47,7°C).- Mucho más clara que a 130°F (54,4 °C); sólo ligeramente turbia.

 113°F (45°C).- Clara.

 Para establecer que eran los detergentes no ióni-
cos de la composición del ejemplo 6 los que se separaban
de la solución y producían la turbidez, se realizaron los
siguientes ensayos y observaciones, ensayándose el Pluro-
20 nic L-64 en el ejemplo 7 y el Oronite Dispersant NIW en - el ejemplo 8.

Ejemplo 7

25 Se añadió un litro de agua destilada a 0,26 g de Pluronic L-64 (la cantidad de Pluronic L-64 en 3 g de la composición del ejemplo 6) y se calentó la mezcla, enfrián- dose seguidamente. Se realizaron observaciones en cuanto a la turbidez de la resultante solución.

30 130°F (54,4°C).- Turbio.

26 AGO



1 140°F-180°F (60°C 82,2°C).- Progresivamente más turbia al calentarse la solución; la impresión podía leerse a través de 100 mm de la solución.

5 190°F (87,7°C).- Muy turbia; la impresión no podía leerse a través de 100 mm de la solución, pero podían distinguirse los objetos.

180°F (82,2°C).- Muy turbia; la impresión no podía leerse a través de 100 mm de la solución, pero podían distinguirse los objetos.

10 170°F (76,6°C).- Ligeramente más clara que a 180°F (82,2°C); la impresión podía leerse a través de 100 mm de la solución.

15 160°-130°F (71,1°C 54,4°C).- Progresivamente más clara al enfriarse la solución; solamente una débil turbidez a 130°F (54,4°C).

120°F (48,8°C).- Más clara que a 130°F (54,4°C); turbidez apenas perceptible.

105°F (40,5°C).- Clara.

Ejemplo 8

20 Se añadió un litro de agua destilada a 0,04 g de Oronite Dispersant NIW (la cantidad de Oronite Dispersant NIW presente en 3 g de la composición del ejemplo 6) y se calentó la mezcla, enfriándose seguidamente. Se efectuaron observaciones en cuanto a la turbidez de la resultante solución.

130°F (54,4°C).- Clara.

140°F-160°F (60°C 71,1°C).- Débil turbidez.

160°F-190°F (71,1°C 87,7°C).- Ligeramente más turbia que a 150°F (65,5°C).

30 180°F a 120°F (82,2°C a 48,8°C).- Progresivamente



1 más clara al enfriarse la solución; a 120°F (48,8°C) la so-
lución era casi perfectamente clara; sólo se observó una -
turbidez apenas perceptible.

85°F (29,4°C).- Igual que a 120°F (48,8°C).

3 La turbidez observada en el anterior ejemplo es -
una separación similar a la existente en suspensiones rea-
lizadas en plantas en ausencia de una agitación extraordi-
nariamente violenta, con la excepción de que en las opera-
ciones en plantas, cuando no se usa jabón, no sólo hay se-
10 paración de diminutas partículas, sino que además pueden -
observarse capas de ingredientes separadas, con el resulta-
do de una inconveniente falta de uniformidad en la suspen-
sión y en el producto secado por pulverización.

15 La solubilización mediante agentes de acción super-
ficial, tales como jabón, es un fenómeno bien conocido que
se produce a concentraciones del agente solubilizante situa-
das al nivel crítico, o superior al mismo, conocido por -
"concentración crítica para la formación de micelas" o más
comúnmente por "concentración crítica de micelas". Por en-
20 cima de este nivel, se sabe que existen aglomerados de mo-
léculas más o menos definidamente orientadas en soluciones
de agentes de acción superficial. Tales aglomerados se de-
nominan "micelas", teniendo un efecto solubilizante sobre
muchas sustancias no solubles en agua sola o en soluciones
25 de surfactantes a concentraciones inferiores al nivel crí-
tico. Sin embargo, contrariamente, una pequeña proporción
de un jabón en la composición del ejemplo 6, concretamente
del 0,5 al 2,0% aproximadamente, por peso de la composi- -
ción detergente total y bastante inferior a la concentra-
30 ción crítica de micelas a concentraciones de lavado del de



1 tergente, tenía un efecto solubilizante sobre los materia-
les no iónicos en agua dura o blanda. Esto se demuestra con
los siguientes ejemplos 9 a 12.

5 Ejemplo 9

Se mezcló 0,015 g (0,5% en peso de la composición total) de jabón de sebo sódico con 3,0 g de la composición del ejemplo 6 contenidos en un litro de agua destilada y se calentó la mezcla. Se efectuaron observaciones en cuanto a la turbidez de la solución.

10 120°F-160°F (48,8°C 71,1°C).- Clara.

180°F-190°F (82,2°C 87,7°C).- Turbidez muy ligera; pudo leerse la impresión fácilmente a través de la solución.

15 Ejemplo 10

Se añadió un litro de agua de una dureza de 180 partes por millón a una mezcla de 3 g de la composición del ejemplo 6 conteniendo 0,015 g de jabón de sebo sódico (0,5% en peso de la composición total) y se calentó la mezcla. Se realizaron observaciones sobre la turbidez de la resultante solución.

20 120°F (48,8°C).- Turbidez muy ligera; algunas partículas sin disolver.

140°F (60°C).- Ligeramente más clara que a 120°F (48,8°C).

25 150°F-170°F (65,5°C 76,6°C).- Igual que a 140°F (60°C).

180°F (82,2°C).- Ligeramente más turbia que a 170°F (76,6°C).

30 190°F (87,7°C).- Igual que a 180°F (82,2°C); la impresión podía leerse fácilmente a través de 100 mm de la -



1 solución.

Ejemplo 11

5 Se añadió 0,015 g de miristato sódico (0,5% en peso de la composición total) a 3 g de la composición del ejemplo 6 contenidos en un litro de agua destilada y se calentó la solución a 177°F (80,5°C). Las observaciones de la solución durante el calentamiento mostraron que la turbidez de la misma era considerablemente inferior a los valores mostrados para las correspondientes indicaciones de temperatura en el ejemplo 6. Este nivel de 0,015 g por litro es bastante inferior a la concentración crítica de micelas para el miristato sódico, que tiene un valor aceptado de 1,5 g por litro aproximadamente.

Ejemplo 12

15 Se añadió 0,015 g de palmitato sódico (0,5% en peso de la composición total) a 3 g de la composición del ejemplo 6 contenidos en un litro de agua destilada y se calentó la solución a 177°F (80,5°C). Las observaciones de la solución durante el calentamiento mostraron que la turbidez de la solución era considerablemente inferior a los valores mostrados para la correspondiente indicación de temperaturas en el ejemplo 6. Esta proporción, 0,015 g por litro, de palmitato sódico, es también inferior a la correspondiente a la concentración crítica aceptada de micelas, de 0,11 g por litro aproximadamente.

20 Los datos de los ejemplos 9 a 12 muestran por consiguiente que la adición de un 0,5% aproximadamente, por peso de la composición total, de un jabón a la composición detergente que contiene los materiales no iónicos mostrados en el ejemplo 6 impide sustancialmente la separación de

25

30



los surfactantes no iónicos de soluciones de la composición a temperaturas de lavado en agua dura o blanda.

Pueden realizarse varias modificaciones y cambios en las composiciones de esta invención sin apartarse del espíritu de la misma ni sacrificar ninguna de sus ventajas. Por consiguiente, la invención deberá limitarse solamente dentro del ámbito de las adjuntas reivindicaciones.

En resumen, la Patente de Introducción que se sol cita, recaerá sobre las siguientes:

- REIVINDICACIONES -

1. Procedimiento de preparación de una composición detergente secado por pulverización, caracterizado porque se seca por pulverización una suspensión para formar un producto que comprende del 5 al 15% de una mezcla de (1) un compuesto de fórmula $HO(C_2H_4O)_a(C_3H_6O)_b(C_2H_4O)_cH$ preparado mediante condensación de óxido etilénico con una base hidrofóbica formada por la condensación de óxido propilénico con glicol propilénico, en cuya fórmula b es un número entero de 26 a 30 y a más c es un número entero tal que la molécula contenga del 40 al 50% de unidades oxietilénicas, y (2) el producto de condensación de un fenol alquílico en el que el grupo alquilo es derivado de polipropileno y contiene un promedio de 14 átomos de carbono con 9 proporciones moleculares de óxido etilénico; del 20 al 50% de tripolifosfato pentasódico; del 5 al 15% de silicato sódico; del 10 al 20% de otras sales inorgánicas alcalinas, tales como carbonato sódico; y del 0,2 al 2,0% de un jabón.

2. Procedimiento de preparación de una composición detergente secada por pulverización según la reivindicación 1, caracterizado porque el producto contiene aproximadamen



1 te el 10% del compuesto (1).

3. Procedimiento de preparación de una composición
detergente secada por pulverización según las reivindica--
ciones 1 ó 2, caracterizado porque el producto contiene -
5 aproximadamente el 1% del compuesto (2).

4. Procedimiento de preparación de una composición
detergente secada por pulverización según cualquiera de -
las anteriores reivindicaciones, caracterizado porque el -
producto contiene un 39% aproximadamente de tripolifosfato
10 pentasódico.

5. Procedimiento de preparación de una composición
detergente secada por pulverización según cualquiera de -
las anteriores reivindicaciones, caracterizado porque el -
producto contiene aproximadamente un 11% de silicato sódico.
15 co.

6. Procedimiento de preparación de una composición
detergente secada por pulverización según cualquiera de -
las anteriores reivindicaciones, caracterizado porque el -
producto contiene aproximadamente un 17% de sales inorgáni-
cas alcalinas aparte del tripolifosfato pentasódico y el si-
20 licato sódico.

7. Procedimiento de preparación de una composición
detergente secada por pulverización según cualquiera de -
las anteriores reivindicaciones, caracterizado porque en -
el producto el silicato sódico tiene una relación de SiO_2 :
25 Na_2O de 2,4:1 a 2,0:1 aproximadamente.

8. Procedimiento de preparación de una composición
detergente secada por pulverización según cualquiera de -
las anteriores reivindicaciones, caracterizado porque el -
30 producto contiene también el 0,5% aproximadamente de carbo

26



1

5

10

15

20

25

30

ximetil-hidroxietylcelulosa sódica.

9. Procedimiento de preparación de una composición detergente secada por pulverización según cualquiera de las anteriores reivindicaciones, caracterizado porque el producto tiene una densidad volumétrica no superior a 0,4 g/cm³ aproximadamente.

10. Procedimiento de preparación de una composición detergente secada por pulverización según la reivindicación 9, caracterizado porque el producto tiene una densidad volumétrica de 0,3 g/cm³ aproximadamente.

11. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Introducción que se solicita: "PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE UNA COMPOSICION DETERGENTE SECADA POR PULVERIZACION".

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente Memoria descriptiva que consta de diecisiete páginas mecanografiadas.

Madrid, 26 de Agosto 1.966

BERNARDO UNGRIA

P.P.