

P.- 35.068

U.S. Serial No 548.825

16



Memoria descriptiva

340302

para solicitar PATENTE DE INVENCION

por 20 años

a nombre de COLGATE-PALMOLIVE COMPANY

entidad / de nacionalidad norteamericana

con domicilio en 300 Park Avenue, Nueva York, N.Y., Estados Unidos de América,

por: "MEJORAS INTRODUCIDAS EN LA PREPARACION DE BARRAS DETERGENTES"(Clase Internacional C11d)

9.6.67



Esta invención se relaciona con barras detergen-
tes.

5 Mientras que los jabones hechos de ácidos grasos
pueden elaborarse con relativa facilidad para formar barras
sólidas, tales como barras de tocador, se ha encontrado
una dificultad considerable cuando se ha pretendido hacer
tales barras de detergentes sintéticos sulfonados. A pesar
de las ventajas que tales detergentes sintéticos deben ofre-
cer, es decir, un comportamiento superior en agua dura y
102 la ausencia de grumos insolubles de jabón, el jabón retiene
con mucho la mayor parte del mercado de detergentes en ba-
rras. Los detergentes sintéticos relativamente baratos ta-
les como los benceno sulfonatos de alquilo comunes, los
cuales son vendidos en grandes cantidades en formulaciones
15 líquidas o granuladas, y que han reemplazado grandemente
al jabón en los últimos tipos de formulaciones detergentes,
se comportan (como casi todos los detergentes sintéticos
sulfonados) muy pobremente cuando uno trata de darles la
forma de barras. Estos detergentes no fluyen bien y tienden
20 a pegarse a las paredes del extruidor (el cual es un extrui-
dor del tipo de hélice o tornillo sin fin usado en la indus-
tria del jabón) motivando grandes dificultades en la ela-
boración y dando generalmente a las barras una apariencia
pobre. Además, los que usan las barras hechas de benceno
25 sulfonatos de alquilo informan generalmente de una sensa-
ción desagradable en la piel después del uso, generalmente
una sensación pegajosa indeseable.

De acuerdo con un aspecto de esta invención, las
barras detergentes son producidas de sulfonato de alquienil-
30 lo superior. Se ha encontrado en la actualidad que los sul-



fonatos de alquenilo superior pueden ser rapidamente extruidos para producir barras firmes con buenas cualidades de espuma, usando el equipo convencional de hacer jabón, tal como los extruidores usuales. El material fluye bien y se desliza facilmente sobre las paredes interiores de acero del extruidor sin pegarse, se mantiene unido sin desmoronarse después de la extrusión y produce barras duras y fuertes con una buena apariencia, las cuáles mantienen su integridad en la hidratación y deshidratación, manviene una apariencia lisa durante el envejecimiento sin cristales significantes visibles, y tienen cualidades satisfactorias de olor y de mantenimiento a pesar de que su ingrediente activo no es saturado. Además, las barras de tocador hechas de los sulfonatos de alquenilo superior son resbaladizas como el jabón y tienen un efecto placentero sobre la piel, dejando la misma suave y no pegajosa ni seca y áspera. Se han encontrado que son sustancialmente no irritantes para los ojos en comparación con otros detergentes que tienen generalmente a exhibir un efecto irritante.

Que todas estas cualidades puedan ser obtenidas en un detergente que tiene una insaturación olefínica es particularmente sorprendente, especialmente en vista del hecho de que los jabones olefínicamente no saturados producen barras muy poco satisfactorias. Por lo tanto, mientras que el estearato de sodio produce una barra muy dura la cual puede soportar (y hasta requiere) una humedad considerable, el correspondiente jabón monoolefinicamente no saturado, oleato de sodio, rinde barras no deseables extremadamente blandas, aún para bajos contenidos de humedad. Las barras de sulfonato de alquenilo son duras; por ejem-

9.6.67



5 plo, una barra mostró una penetración (penetrabilidad medida por un penetrómetro) de 2,2 mm. aún para un contenido de humedad de 6-7%; la penetración en barras de jabón comerciales está usualmente en el margen de alrededor de 2 a 7 mm.

10 Los sulfonatos de alqueno pueden ser producidos por sulfonación de mono-olefinas, por ejemplo usando SO_3 como agente de sulfonación, en una forma bien conocida y está dentro del alcance de esta invención el emplear los productos de sulfonación de olefinas conocidas para la producción de barras detergentes. Uno de dichos procedimientos conocidos implica los pasos de (a) introducir continuamente en una proporción sustancialmente uniforme una mezcla gaseosa de desde 0,1 a 10 partes por volumen de SO_3 y correspondientemente desde 99,9 a 90 partes por volumen de un gas portador inerte (tal como el aire) dentro de una carga líquida de una olefina esencialmente lineal de 12-20 átomos de carbono mantenida a una temperatura no mayor de 50°C . hasta que han reaccionado no más de 1,1 moles (por ejemplo 0,8-1,1 mol) de SO_3 por mol de olefina; (b) y (c) hidrolizar y neutralizar los productos de reacción resultantes con una base soluble en agua (por ejemplo NaOH acuoso a 70°C - 140°C); (d) y recuperar como composición tensioactiva el contenido de sulfonato de la mezcla resultante. En otros de estos procedimientos conocidos la olefina es sulfonada en dos etapas, usando una concentración menor de SO_3 , pero una proporción mayor de adición de SO_3 , en la segunda etapa, o usando ácido clorosulfónico como agente de sulfonación en la segunda etapa. En la forma preferida de esta invención las olefinas sulfonadas, conteniendo

15
20
25
30

9.6.67

340302



alqueniolo sulfonatos, son aquellas producidas por el tratamiento del producto de reacción de SO_3 - olefina ("Mezcla Acida") con ácido sulfúrico concentrado, bajo condiciones sustancialmente no hidrolizantes, con anterioridad a la neutralización.

Como se podrá ver en los siguientes ejemplos, la sal del sulfonato de olefina, conteniendo un sulfonato de alqueniolo, puede ser usada como el único detergente en la barra, o puede ser mezclada con otros detergentes tales como jabones o benceno sulfonatos de alquilo superior (por ejemplo con alrededor de 8-16, preferiblemente 11-15, átomos de carbono en el grupo de alquilo) en proporciones variables, constituyendo la sal de la olefina sulfonada por lo menos alrededor de 5%, preferiblemente por lo menos 20% y, aún más preferiblemente, por lo menos alrededor de 50% (por ejemplo por arriba de 70%) del detergente total. Por lo tanto el uso de una proporción mayor de la sal de la olefina sulfonada hace posible producir buenas barras conteniendo detergente tales como los benceno sulfonatos de alquilo, en formulaciones que rinden ordinariamente productos no satisfactorios. En combinaciones con jabón (por ejemplo en mezclas en las cuales la relación de jabón a sulfonato de olefina es de alrededor de 3:7 a 7:3) se pueden obtener barras con sorprendentemente buenas características de espuma y de resistencia a la formación de babaza, barras que rinden espumas relativamente fuertes y persistentes.

Dentro de otros detergentes que pueden ser mezclados con la sal de la olefina sulfonada están no solamente los jabones y benceno sulfonatos de alquilo, sino tam-

340302



bién los sulfonatos de alcano (tales como los sulfonatos
primarios de parafina, por ejemplo, de alrededor de 10-20,
preferiblemente alrededor de 15-20, átomos de carbono),
o las sales de ésteres de alquilo de ácidos alfa-sulfogra-
5 sos (por ejemplo, de alrededor de 10-20 átomos de carbono,
tales como los ácidos metilo alfa-sulfomirístico o metilo
alfa-sulfosebo). Sulfatos de alcoholes superiores pueden
también ser agregados. Ejemplos de éstos son el sulfato
sódico y de laurilo, el Aceite Rojo de Turquía, y otros
10 ácidos sulfatados o sulfatados de mono- ó di-glicéridos de
ácidos grasos (por ejemplo, monosulfatado de monoglicérido
esteárico), sulfatos poli (etenoxi) éter de alquilo, tales
como los sulfatos de los productos de condensación (usual-
mente teniendo de 1 a 5 grupos de etenoxi por molécula)
15 del óxido de etileno y un alcohol graso superior, por ejem-
plo, alcohol laurílico, sulfonatos éter de laurilo o de
otros gliceril alquilo superiores; sulfatos poli (etenoxi)
éter, tales como los sulfatos de los productos de conden-
sación del óxido de etileno y nonil fenol (usualmente te-
20 niendo de 1 a 6 grupos de oxietileno por molécula).

Cuando se emplean jabones la porción acida del
jabón puede ser la de un ácido graso tal como el laúrico,
mirístico, esteárico, oléico, eláidico, isoesteárico, pal-
mítico, undecilénico, tridecilénico, pentadecilénico u otros
25 ácidos grasos saturados o no saturados de 11 a 18 átomos
de carbono. Jabones de ácidos dicarboxílicos también pue-
den ser usado, tales como jabones de ácido linoléico dime-
rizado. Jabones de otros ácidos de alto peso molecular,
tales como los ácidos de colofonia o de aceite de resina,
30 por ejemplo el ácido abiético, pueden ser empleados también.



Otros agentes aniónicos tensioactivos apropiados son las amidas de ácidos grasos que contienen carboxilo con amino ácidos (por ejemplo, la amida de ácido láurico de amino ácidos tales como la sarcosina, ácido beta amino propiónico, polipéptidos de la hidrólisis de proteínas, ácido isetiónico o ácido N-metilo táurico) y sales solubles de tales amidas conteniendo carboxilo.

Los radicales hidrocarbonados de cualesquiera de los materiales detergentes aniónicos agregados contienen preferiblemente por lo menos alrededor de 10 átomos de carbono, siendo particularmente apropiados los radicales alifáticos hidrofóbicos de cadena larga de alrededor de 11-18 átomos de carbono y los cationes de los detergentes aniónicos añadidos son ventajosamente tales como para impartir solubilidad en agua a la porción acida de la molécula o para mantener su solubilidad en el agua, por ejemplo, potasio, sodio, trietanolamonio, dietanolamonio, u otros alcanolamonios, calcio, magnesio (cuando el agente tensioactivo forma una sal soluble en agua de calcio o magnesio) o amonio. Las sales de zinc y aluminio pueden ser también empleadas en cantidades deseadas.

El detergente añadido a la barra puede ser un detergente no iónico o anfótero. Entre los detergentes no iónicos están los productos de condensación de óxido de alquileo inferior de compuestos hidrofóbicos, por ejemplo los condensados de óxido de etileno con ácidos grasos superiores, alcoholes grasos superiores o hidrocarburos de alquilo arilo, teniendo por lo menos 5 y usualmente desde alrededor de 5 a 30 grupos de oxietileno por molécula.

Los correspondientes mercaptanos de alquilo superior de tio-



16 JUN

alcoholes, o glicoles de polioxipropileno de por lo menos
900 de peso molecular condensados con un número suficiente
de grupos de óxido de etileno como es conocido en la téc-
nica, también pueden ser usados. Otros no iónicos son los
condensados de alquilolaminas y ácidos grasos superiores
como la dietanolamida láurica y la mirística, la dietano-
lamida de ácidos grasos de coco y similares. Entre los
detergentes anfóteros, teniendo usualmente un grupo alqui-
lo de 10 a 18 carbonos, están las imidazolinas grasas o
de alquilo superior, tales como la 1-coco-5-hidroxietilo-
5-carboximetilo imidazolina conocida como Miranol CM; y
las N-beta alaninas de alquilo superior, tales como la be-
taalanina de dodecilo o el ácido N-dodecil iminodipropió-
nico (por ejemplo, los materiales conocidos como "Derphats"
el grupo carboxílico del detergente anfótero puede estar
en la forma ácida o en la forma de la sal soluble en agua
(por ejemplo, sal Na). Aún otros ejemplos son la sal disó-
dica del ácido 1-laurilo-cicloimidio-2-etoxi-ácido etióni-
co-2-etiónico y su correspondiente derivado de 2-laurilo
sulfato.

El contenido de humedad de las barras está venta-
josamente dentro del margen de alrededor de 1 a 30%. Para
cualquier fórmula dada es a menudo conveniente ajustar
el contenido de humedad (haciendo pruebas iniciales con can-
tidades variables de humedad añadida) para obtener la opera-
ción más suave en el extruidor y para obtener una barra
extruída con una superficie lo más lisa posible; general-
mente el contenido de humedad para el mejor comportamiento
en el extruidor está en el margen de alrededor de 3 a 15%:

Agentes modificantes tales como los plastifican-

340302

5

10

15

20

25

30



tes pueden también estar presentes en la barra, preferible-
mente en proporciones menores, tales como menores que al-
rededor de 25%, por ejemplo 1-20%, preferiblemente alrede-
dor de 5 a 15%. Estos incluyen ingredientes tales como al-
5 coholes superiores, por ejemplo, alcoholes teniendo un ra-
dical de hidrocarburo monovalente de 10 a 18 átomos de car-
bono directamente unido a un hidroxilo alcohólico (como en
el alcohol cetílico o alcohol estearílico) o indirectamen-
te unido al hidroxilo alcohólico tal como los ésteres par-
10 ciales grasos superiores de alcoholes polihídricos (tales
como los glicerol mono- y diésteres de ácidos grasos de
aceite de coco o de ácidos grasos de sebo, o los correspon-
dientes ésteres de glicol). También pueden estar presentes
como modificantes las grasas y aceites, por ejemplo, sebo
15 hidrogenado, así como también materiales tales como la la-
nolina, las amidas grasas superiores, incluyendo las alca-
nolamidas grasas superiores activadoras de la formación
de espuma, tales como las monoetanolamidas o dietanolami-
das láurica o mirística, u óxidos de alquilaminas superio-
res terciarios, tales como el óxido de lauril o miristil-
20 dimetilamina.

La sal del sulfonato de olefina es preferible-
mente una sal de metal alcalino (por ejemplo Na o K), sien-
do preferidas las sales sódicas por razones de economía,
25 a pesar de que las sales de potasio usualmente rinden ba-
rras más duras o más resistentes a la erosión. También pue-
den emplearse sales de calcio y magnesio (especialmente
cuando están presentes en proporciones menores, por ejemplo,
de 20 a 30%, en mezcla con las correspondientes sales só-
30 dicas); también pueden usarse las sales de amonio y amina

340302



y sales de metales pesados, tales como las sales de zinc y de aluminio.

El largo de cadena del sulfonato de alqueni-
puede ser variado. El número promedio de átomos de carbono
5 en la molécula está ventajosamente dentro del margen de al-
rededor de 10 a 30, obteniéndose los mejores resultados,
particularmente en las barras de tocador, cuando el número
promedio de carbonos del sulfonato de alqueni-
10 lo está dentro del margen de alrededor de 15 a 20 átomos de carbono.

Un número menor de átomos de carbono rinde generalmente una
barra más soluble y un número más alto da una menor apti-
tud de formación de espuma.

El sulfonato de olefina puede también ser usado
para la preparación de barras detergentes de detergencia
15 altamente mejorada conteniendo, por ejemplo, 40% ó más,
por ejemplo hasta alrededor de un 90%, preferiblemente
alrededor de 50 á 80%, de una sal sólida mejoradora de de-
tergencia. Tales barras son particularmente apropiadas pa-
ra ser usadas como barras de lavar para trabajo pesado. Las
20 sales inorgánicas mejoradoras de detergencia solubles en
agua son generalmente conocidas en la técnica y pueden ser
cualquier sal apropiada de metal alcalino, de metal alca-
linotérreo, o de metal pesado o combinaciones de las mis-
mas. Una sal de amonio o de estanolamonio en una cantidad
25 apropiada puede también ser agregada, pero generalmente se
prefieren las sales de sodio y potasio. Ejemplos son los
fosfatos, los silicatos, carbonatos, bicarbonatos, boratos,
sulfatos y cloruros de sodio y potasio solubles en agua.
Sales mejoradoras de detergencia particularmente preferi-
30 das son las sales alcalinas mejoradoras de detergencia, ta-

340302



les como los polifosfatos, silicatos, boratos, etc.

Se prefiere a menudo que en las mezclas solubles en agua de sales inorgánicas mejoradoras de detergencia usadas en las barras detergentes de lavar, haya presente una mezcla de tripolifosfato de sodio y bicarbonato de sodio o potasio, tal como una combinación o mezcla de sales en donde la relación de bicarbonato a tripolifosfato está seleccionada en el margen de alrededor de 1:1 a alrededor de 3:1.

El tripolifosfato de sodio de la Fase I y el de la Fase II y mezclas de los mismos, pueden ser usados con éxito en las composiciones. El tripolifosfato comercial usual consiste principalmente en el material de la Fase II. El material comercial de tripolifosfato es usualmente esencialmente tripolifosfato, por ejemplo de 87 a 95%, con pequeñas cantidades, por ejemplo, de 4 a 13% de otros fosfatos, por ejemplo, pirofosfato y ortofosfato. También puede ser usado el tripolifosfato de sodio en su forma hidratada. El ortofosfato trisódico puede ser usado en las cantidades indicadas.

El bicarbonato de sodio o potasio es un tampón efectivo del pH. El bicarbonato puede ser incorporado directamente como un bicarbonato anhidro o en la forma de sesquicarbonato, un hidrato que contiene tanto bicarbonato como carbonato.

Otras sales apropiadas mejoradoras de detergencia que pueden ser incorporadas en las composiciones de barra de detergente sintético de detergencia mejorada, incluyen los silicatos, carbonatos, boratos de sodio y potasio (por ejemplo, tetraborato de sodio), cloruros y sulfatos

340302



(por ejemplo, sulfato de magnesio), solubles en agua. Generalmente la proporción total de estas sales adicionales mejoradoras de detergencia estará dentro del margen desde 0,5 a 24% por peso de la barra fabricada. Los silicatos de sodio y potasio teniendo una relación de $\text{Na}_2\text{O}:\text{SiO}_2$ dentro del margen de 1:1 hasta alrededor de 3,5:1 son particularmente efectivos como inhibidores de la corrosión en proporciones de alrededor de 1 a 8% por peso de la barra terminada. El contenido de sulfato de sodio es ventajosamente mantenido bajo, por ejemplo por debajo de 1/3 del peso del fosfato (sobre una base anhidra).

Las barras de tocador contendrán generalmente pocas o ningunas sales alcalinas mejoradoras de detergencia, usualmente bastante por debajo del 5% de tales sales y su contenido total de sal inorgánica (por ejemplo Na_2SO_4) estará generalmente muy por debajo del 15%, usualmente por debajo del 10%, estando el contenido total de detergente generalmente muy por encima del 60% del peso de la barra.

Las barras pueden contener ingredientes activos como germicidas los cuales pueden ser incorporados en una cantidad efectiva en el margen de hasta alrededor de 10% preferiblemente por ejemplo de 0,1 a 5%. Tales ingredientes incluyen carbanilidas halogenadas, por ejemplo triclorocarbanilidas; salicilanilida halogenada, por ejemplo tribromosalicilanilida; bis-fenoles halogenados, por ejemplo hexaclorofeno; trifluorometildifenil urea halogenada; sal de zinc de 1-hidroxi-2-piridinotona y similares, incluyendo mezclas apropiadas de los mismos.

En algunos de los Ejemplos dados abajo, el contenido de "Aceite Libre" de la barra ha sido anotado. Se



han obtenido barras satisfactorias teniendo propiedades deseables a partir de productos sulfonados de bajo contenido de "aceite libre", por ejemplo contenidos de aceite libre en el margen de alrededor de 1 a 12%, preferiblemente alrededor de 1 a 8%, basado en el peso del material aniónicamente activo en la olefina sulfonada. El contenido de aceite libre es preferiblemente reducido y deseablemente modificado por un tratamiento con calor de la olefina sulfonada acuosa neutralizada, poniendo la mezcla acuosa en contacto con un material que transfiere calor y que tiene una temperatura de por lo menos alrededor de 127°C, para subir la temperatura de dicho producto de reacción por lo menos hasta alrededor de 110°C, siendo efectuado dicho tratamiento con calor a presiones sustancialmente atmosféricas mientras se expulsa el vapor de agua de dicho producto de reacción, para que el contenido de agua del producto después de este tratamiento con calor esté dentro del margen de alrededor de 1 a 12%.

Las sales de olefinas sulfonadas son a menudo productos de color tostado o parduzco. Para la producción de barras coloreadas con colores claros, el material puede ser blanqueado, como por medio de tratamiento con hipoclorito de sodio acuoso, peróxido de hidrógeno u otros agentes blanqueadores apropiados.

Es muy importante el hecho de que los alquenilo sulfonatos pueden ser formados en barras detergentes usando el equipo normal de fabricar jabón usado al presente. Tal equipo comprende una "máquina de amalgamar" para mezclar los ingredientes, un molino de rodillos para homogeneizar la mezcla y formarla en fragmentos molidos, un extru-



5 dor para compactar y extruir los fragmentos molidos en forma de barra continua, equipo de cortar para subdividir en barras individuales la barra continua que está siendo extruída, y una prensa para estampar un diseño o señales en las barras individuales y para darles su forma final. En el extruidor convencional, que tiene un tornillo sin fin que gira continuamente en un tambor o cilindro, el material es calentado (por el calor producido por la fricción cuando se trabaja el material, suplementado, si se desea, por calor transferido de una camisa de calentamiento para impartir una plasticidad apropiada al material y el material es compactado por la acción del tornillo sin fin y es forzado a través de una plancha con múltiples orificios que es continuamente limpiada por una cuchilla con múltiples hojas que gira con el tornillo sin fin, dentro y a través de una boquilla cuyo orificio de salida está conformado de acuerdo con la sección transversal de la barra deseada (por ejemplo, una abertura con una sección de alrededor de 3-26 cm² y una altura de alrededor de 13 mm o más) y cuyas paredes pueden ser calentadas o enfriadas.

10

15

20

25

30

De acuerdo con otro aspecto de esta invención, las barras se pueden producir sin la operación de extrusión. Por lo tanto, en un procedimiento las barras son hechas con una composición derretida y caliente con la que se puede formar barras, y que tiene una temperatura de solidificación superior a la de la temperatura ambiente (es decir en el margen de alrededor de 38 a 60°C, preferiblemente en el margen de alrededor de 43-54°C). dentro de un molde apropiado tal como moldes de jabón. Como se ha ilustrado en el ejemplo 7, la composición derretida puede contener jabón

340302



(u otro detergente agregado) que puede ser formado in situ. El jabón puede ser un jabón supergraso conteniendo grasa sin reaccionar o aceite graso.

Los siguientes ejemplos son dados para ilustrar aún más algunos aspectos de esta invención.

Ejemplo 1

Usando un reactor tubular con camisa, de un diámetro interno de 21 mm y un largo de 5,3 mm, como primer paso de sulfonación, se sulfonó continuamente una mezcla de alqueno con una mezcla gaseosa conteniendo 4% por volumen de trióxido de azufre en aire. La mezcla de alqueno contenía alrededor de 88% de olefinas de cadena recta no saturadas en su terminación, de un peso molecular promedio de 230 y un largo de cadena promedio de alrededor de 15 a 18 carbonos (C_{15} - 24%, C_{16} - 29%, C_{17} - 30%, C_{18} - 17% aproximadamente); y tenía un margen de ebullición, a la presión atmosférica, de alrededor de 265-300°C (con 11% de residuo). En la reacción de sulfonación, el alqueno era distribuido como una película descendente por la pared interior del tubo de reacción, por la parte alta del mismo, y el agente de sulfonación gaseoso era inyectado hacia abajo a un caudal volumétrico alto, por el centro del tubo de reacción desde la parte alta del mismo. La temperatura de reacción era controlada en el margen de alrededor de 65°C usando agua refrigerante a 27°C en la camisa enfriadora que rodeaba al reactor, y la presión en la reacción era de alrededor de 0,7 kg/cm² man. Alrededor de 18 kg por horas de alqueno eran hechos reaccionar con alrededor de 6 kg por hora de trióxido de azufre (relación molar de SO_3 :alqueno,

340302



igual a 1:1) dispersados en 850 l. por minuto de aire que tenía un punto de rocío de alrededor de -73°C . (1 ppm. de agua).

5 La mezcla ácida inicial procedente del reactor tubular era separada continuamente de los gases atrapados, en un separador situado en la base del reactor y después, era inyectada continuamente en un circuito de reciclo junto con 3 kg/hora de oleum de 20%, siendo ambos, la "Mezcla Acida" y el oleum, añadidos continuamente a una bomba situada a la entrada del circuito de reciclo; la mezcla de reciclo del circuito era mantenida a una temperatura de alrededor de 35°C . El tiempo promedio de permanencia en el circuito de reciclo era de alrededor de 2-5 minutos, la presión en el mismo era del orden de $0,35 \text{ kg/cm}^2 \text{ man.}$ y el material que abandonaba continuamente el circuito de reciclo era directamente neutralizado con hidróxido de sodio acuoso diluido a una temperatura de alrededor de 93°C hasta un pH de 9-10. Un análisis del producto neutralizado acuoso y siruposo indicaba que contenía (sobre una base seca) 84% de detergente aniónico activo, 6,6% de sal inorgánica y 9,4% de "aceite libre" (material obtenido por extracción con pentano de una solución acuosa de etanol).

10

15

20

(a) El producto neutralizado acuoso y siruposo conteniendo alrededor de 47,1% de "sólidos" (es decir, materiales que son sustancialmente no volátiles a la temperatura y la presión ambiente) y el resto agua, era tratado con calor y secado hasta un contenido de humedad de alrededor de 7 a 8% haciendo pasar, el producto a través de un evaporador de película, en donde el producto era esparcido rápidamente como una película delgada sobre la superficie

25

30



de las paredes de metal mantenidas a una temperatura de
alrededor de 185°C mediante una camisa de vapor de agua a
10,5 kg/cm² man, mientras se hacia pasar una corriente de
aire a presión atmosférica sobre la superficie de la pelí-
cula. El tiempo de permanencia del material en el evapora-
dor era de alrededor de 5 a 10 segundos y su temperatura
cuando dejó el evaporador era de 120°C ó mayor. Durante es-
te tratamiento el contenido de "aceite libre" (calculado
sobre una base seca) disminuía apreciablemente (hasta un va-
lor del orden de alrededor de la mitad de su valor antes
del tratamiento). El material, ahora sólido, era entonces
mezclado a fondo con pequeñas cantidades de TiO₂, pigmento
y perfume, pasado entonces a través de una amasadora de ja-
bón en la que era pasado a través de un juego de rodillos
de acero colocados muy próximos unos a otros, para así pro-
ducir una hoja delgada de material prensado la cual era
cortada en cintas estrechas cuando abandonaba la amasado-
ra. Estas cintas eran alimentadas a un extruidor de jabón
convencional en donde el material era compactado y conti-
nuamente extruído como una barra continua por la acción
del tornillo de Arquímedes del extruidor, a través de una
abertura estrecha u una boquilla que tenía un orificio de
salida cuya forma era la de la sección transversal deseada
de la barra extruída (por ejemplo, alrededor de 25 mm por
50 mm). La barra extruída era entonces cortada en barras
de tocador individuales de 75 mm de largo. La boquilla del
extruidor era mantenida a una temperatura de alrededor de
43°C. El pH de la barra (medido en una dispersión al 1% en
agua desionizada) era de 7,3. Se obtuvo una barra satis-
factoria con cualidades superiores de espuma.

(b) Se repitió el ejemplo 1a excepto que se agre-



gó, antes del amasado, una cantidad de jabón igual en peso al peso del producto neutralizado tratado con calor, y que la boquilla del extruidor estaba a una temperatura de 38°C. El jabón usado era un jabón de sodio hecho de 75% de ácidos grasos de sebo y 25% de ácidos grasos de aceite de coco, y contenía 12% de agua. Se obtuvo una barra satisfactoria con una resistencia superior a la formación de babaza.

5

(c) Se repitió el ejemplo 1b excepto que la cantidad de jabón era 19 veces la cantidad del producto neutralizado tratado con calor. Se obtuvo una barra satisfactoria con resistencia a la formación de babaza aún mejor.

10

(d) Se repitió el ejemplo 1a excepto que se agregó, antes del amasado, una cantidad de alcohol cetílico de alrededor del 16% de la cantidad de producto neutralizado tratado con calor.

15

Se obtuvo una barra satisfactoria con cualidades superiores de espuma.

(e) Se repitió el ejemplo 1a excepto que la composición, antes de ser amasada, contenía 75 partes del producto neutralizado tratado con calor, 11 partes de alcohol cetílico, 9 partes de sebo hidrogenado (un triglicérido), 1 parte de triclorocarbanilida (un germicida) y una parte de lecitina (calidad Staley "BF"). Se obtuvo una barra satisfactoria con cualidades superiores de espuma y resistencia a la erosión.

20

25

Ejemplo 2

Se repitió el proceso para hacer el jarabe neutralizado descrito en el ejemplo 1a, con las siguientes excep-

30

340302

16 JUN



ciones:

La alimentación de alqueno era una fracción de C15 - C20 conteniendo 90% de monoolefinas, siendo la distribución de olefinas de 1% C14, 2-1/2% C15, 20% C16, 18% C17, 17% C18, 18% C19 y 15% C20, y el margen de ebullición a la presión atmosférica de alrededor de 275 a 320°C (con 6% de residuo). La proporción de SO₃ era de 0,35 kg por kg de alimentación. El ácido sulfúrico (97% H₂SO₄) era inyectado dentro de la olefina sulfonada por un punto del reactor tubular situado a unos 3 m de altura, y era usado en una cantidad de alrededor de 1/8 de kg por kg de alimentación de olefina. La neutralización era llevada a cabo en forma discontinua 93°C durante 2 horas.

Después del tratamiento de la película con calor, el producto neutralizado contenía 94,7% de sólidos, el contenido de ingrediente aniónicamente activo (sobre una base seca) era de 76,2% y el contenido de aceite libre (sobre una base seca) era de 5%. El material era entonces tratado como en el Ejemplo 1b para producir una barra conteniendo pesos aproximadamente iguales de detergente sulfonado y de jabón. Se obtuvo una barra satisfactoria con resistencia superior a la formación de babaza.

Ejemplo 3

(a) Se repitió el proceso de hacer el jarabe neutralizado descrito en el ejemplo 1, excepto que la alimentación de olefina era una fracción de C18 - C21, conteniendo alrededor de 89% de monoolefina, 83% de alfa-monoolefina, y teniendo un peso molecular promedio de olefina de alrededor de 271, siendo la distribución de olefina apro-

340302



ximadamente un 21% de C18, un 35% de C19, un 32% de C20 y un 11% de C21.

Después del tratamiento con calor el producto neutralizado contenía 96,9% de sólidos; el contenido de ingrediente aniómicamente activo (sobre una base seca) era de 90,3%.

El material tratado con calor era entonces mezclado, amasado y extruído como en el ejemplo 1a; antes del amasado se agregaba 3% de agua a los fragmentos. Se obtuvo una barra satisfactoria con una resistencia sobresaliente a la formación de babaza y a la erosión.

(b) El material tratado con calor del ejemplo 3a fué mezclado con un peso igual del material tratado con calor del ejemplo 1a, junto con pequeñas cantidades de pigmento de TiO_2 y de perfume y 5% (basado sobre el peso total de la mezcla) de agua, a la temperatura ambiente.

La mezcla era entonces amasada, cortada en cintas, extruída (todo como en el ejemplo 1a) y cortada para formar barras, las cuáles tenían un contenido de humedad de alrededor de 6%. Pruebas con estas barras, usando agua de 55 ppm. de dureza, mostraban que las barras tenían una rapidez de formación de espuma de 8 golpes y un índice de formación de babaza de 10,7 g perdidos. El material de la barra mostraba un pH de 7,0 (medido sobre una dispersión al 1% en agua desionizada).

El "índice de formación de babaza" es determinado dejando una barra, con un peso determinado y con una sección de 77 mm x 49 mm y por lo menos 12 mm de espesor de plano, durante 17 horas a la temperatura ambiente en una tapa de placa Petri normalizada (100 mm de diámetro y 15 mm



de altura) con 35 ml de agua; la barra es entonces sacada del agua y se quita la "babaza" pastosa de debajo y de los bordes de la barra con el lado del dedo índice. Entonces después de dejarla secar de lado durante 48 horas en el aire, la barra era pesada. El índice de formación de babaza es la diferencia entre el peso de la barra seca antes y después de dejarla remojar y de quitar la babaza, expresada en gramos perdidos. La "rapidez de formación de espuma" es una medida bien conocida de la facilidad para producir espuma.

(c) Se mezclaron 46,1 partes del material tratado con calor del ejemplo 3a con 20,5 partes de N-laurilo-beta-imino-dipropionato de hidrógeno y sodio (Deriphat 160) 17,7 partes de sebo hidrogenado, 5,1 partes de harina de tapioca, 5,1 partes de ácido fosfórico acuoso al 85% y 5,1 partes de tridecilo lineal benceno sulfonato sódico junto con pequeñas cantidades de TiO_2 y perfume y la mezcla fué amasada y extruída para formar una barra que tenía un pH ácido.

Ejemplo 4

(a) Se repitió el ejemplo 3a excepto que el producto acuoso neutralizado se blanqueó antes del tratamiento con calor, de la siguiente manera: se mezclaron 91 kg del producto neutralizado con 11,5 kg de una solución acuosa al 33% de NaOCl y se dejaron reposar por 1/2 hora a una temperatura de alrededor de 49°C. Se agregó entonces (en una solución acuosa) suficiente sulfato de sodio (alrededor de 900 g) para reaccionar con el exceso de NaOCl (es decir, hasta que los ensayos con papel de ioduro de almidón

340302



mostraban la ausencia de NaOCl). La mezcla, después de reposar toda la noche, fué tratada con una pequeña cantidad (alrededor de 50 ml) de ácido sulfúrico concentrado para ajustar su pH a 7.

r La suspensión acuosa blanqueada contenía 34% de sólidos, 86,5% (sobre una base seca) de un ingrediente aniónicamente activo y 5,9% (sobre una base seca) de aceite libre. El producto fué tratado con calor y formado en barras como en el ejemplo 1a. Se obtuvo una barra satisfactoria con una resistencia superior a la formación de babaza y a la erosión.

10 (b) Se repitió el ejemplo 4a excepto que alcohol cetílico, en una cantidad de alrededor de 16% del producto neutralizado tratado con calor, fué mezclado a fondo con el mismo. Se obtuvo una barra satisfactoria con una resistencia superior a la formación de babaza.

15 (c) Se repitió el ejemplo 4a excepto que el producto neutralizado tratado con calor fué mezclado a fondo con 1/3 de su peso del producto neutralizado tratado con calor del ejemplo 1.

Ejemplo 5

(a) Se usó un procedimiento similar al del ejemplo 1 para hacer un jarabe neutralizado. La mezcla de alqueno empleada fué una alimentación de olefina C15 - C20 cruda hecha por craqueo de cera de parafina y que tenía el siguiente análisis, según informe del abastecedor:

30	monoolefinas acíclicas	84%
	diolefinas y olefinas nafténicas	9%
	parafinas y naftenos	5%
	diolefinas cíclicas y olefinas dicíclicas	1%
	aromáticos	1%

340302



5 92% de las monoolefinas acíclicas eran alfa-monoolefinas. El pesomolecular promedio de la porción de monoolefina era dealrededor de 240 y la distribución de olefinas era 2% de C14, 18% de C15, 20% de C16, 21% de C17, 18% de C18, 16% de C19 y 5% de C20.

10 La suspensión neutralizada resultante contenía 44,1% de sólidos, 78,9% (sobre una base seca) de ingredientes aniónicamente activo y 12,3% (sobre una base seca) de aceite libre. Se mezclaron 681 kg de suspensión con 14,5 kg de una suspensión acuosa al 50% de tridecilo lineal-benceno sulfonato de sodio y la mezcla fué agitada a una temperatura de 60°C mientras se agregaban 2,7-05 kg de ácido esteárico derretido y 1,8-0,23 kg de dietanolamida esteárica derretida. La mezcla fué tratada con calor en forma de película como en el ejemplo 1, hasta un contenido de humedad de alrededor de 10,1%, después de lo cual se agregó pigmento y perfume y el material fué tratado ulteriormente como en el ejemplo 1a para producir una barra satisfactoria con una buena resistencia a la formación de babaza yala erosión. El alquilo benceno sulfonato de sodio tenía un promedio de 13 átomos de carbono en su sustituyente alquílico (alrededor de 15 mols % C12, 55 mols % C13, y 30 mols % C14); el sustituyente alquílico contenía alrededor de 20% de grupos alquilo cuya unión al benceno estaba en el carbono-2 del grupo alquilo, estando el resto de sus grupos alquilo unidos al benceno en el átomos de carbono 3 ó en uno superior, (por ejemplo 45% en el átomos de carbono 5 ó 6).

25 (b) El material tratado con calor del ejemplo 5a fué mezclado, durante el amasado como en el ejemplo 1a, con un peso igual de fragmentos de jabón y entonces fué extruí-

30



do para formar barras como en el ejemplo 1. El jabón era unjabón de sodio hecho de 75% de ácidos grasos de sebo y 25% de ácidos grasos de aceite de coco, y contenía 12% de agua. Se obtuvo una barra satisfactoria con una mejor resistencia a la formación de babaza y a la erosión que la del ejemplo 5a.

5

(c) Se repitió el ejemplo 5a excepto que se incluyó, en la mezcla de suspensión, 14% de K-laurilo-beta-aminodipropionato de hidrógeno y sodio y 33% de agua adicional.

10

(d) Se repitió el ejemplo 5a excepto que el material tratado con calor fué mezclado con 50% de los fragmentos de jabón del ejemplo 5b.

15

Ejemplo 6

Se trató una alimentación de olefina similar a la del ejemplo 5a con SO_3 , H_2SO_4 y NaOH , todo en una forma similar a la del ejemplo 1a. Se obtuvo una suspensión neutralizada conteniendo 47,6% de sólidos y 37,6% de ingrediente aniónicamente activo; su contenido de aceite libre (basado sobre la cantidad de ingrediente anionicamente activo) era 10,6%. Se agregó a esta suspensión una suspensión acuosa (de alrededor de 54% de contenido de sólidos) conteniendo un alquilobenceno sulfonato de sodio (de la misma composición que la descrita en el ejemplo 5a) junto con ácido esteárico, siendo las proporciones tales que había presentes 53,3 partes de un material aniónicamente activo producido por la sulfonación de la olefina, 20 partes del alquilo benceno sulfonato de sodio y 7,5 partes del ácido esteárico. La suspensión mezclada fué entonces tratada

20

25

30



16 J

con calor a la presión atmosférica en un tambor a una temperatura de alrededor de 150°C para producir fragmentos con un contenido de humedad de alrededor de 2 a 3%. Estos fragmentos fueron mezclados con 0,5% de su peso de pigmento de TiO_2 y 0,8% de perfume, se sometieron a 3 pasadas a través de una amasadora de 3 rodillos para formar cintas y, después fueron extruidas para dar una barra continua que fué entonces cortada en barras de tocador individualmente cuyo contenido de humedad era de 2,5%.

(B) Se repitió el ejemplo 6a excepto que se añadió sebo hidrogenado derretido a la suspensión en lugar de ácido esteárico, siendo las proporciones 55 partes del material aniómicamente activo producido por la sulfonación de la olefina, 15 partes de sólidos de alquilo benceno sulfonato de sodio y 15 partes del sebo hidrogenado. Las condiciones de tratamiento fueron las mismas que las usadas en el ejemplo 6a.

(c) Usando la misma fracción de olefina del ejemplo 6a y sustituyendo la NaOH por KOH en el peso de neutralización, se produjo una suspensión de una sal de potasio del sulfonato de olefina. Esta fué formada en una barra tratando con calor el material como en el ejemplo 6a, y pasando los fragmentos resultantes, junto con 1% de TiO_2 y 0,5% de perfume, a través de la amasadora y del extruidor como en el ejemplo 6a para formar barras con un contenido de humedad de alrededor de 7%.

Ejemplo 7

En este ejemplo se describen barras hechas con mezclas de jabón y olefina sulfonada, siendo formado el ja-



bón in situ, en presencia de la olefina sulfonada.

(a) La suspensión blanqueada del ejemplo 4a fué evaporada en forma de película a la presión atmosférica como en el ejemplo 1a para formar fragmentos con un contenido de humedad de alrededor de 1-2%. 115 partes de estos fragmentos fueron agregados a 200 partes de aceite de coco crudo, 5 partes de una solución acuosa al 1% de un tinte azul, y 3 partes de perfume. Después de un mezclado a fondo, el material fué calentado a alrededor de 60C en cuyo momento se agregaron 67 partes de una solución acuosa al 50% de hidróxido de sodio, mientras se continuaba mezclando hasta que se formó una mezcla fina. La mezcla calentada (teniendo una temperatura de 71°C como resultado de la reacción exotérmica de la formación de jabón) fué vertida en moldes (moldes de jabón) y dejada enfriar, los moldes fueron entonces retirados y el producto fué cortado en barras individuales. Las barras tenían una buena dureza, una sensación suave y sedosa al tacto, y buenas propiedades de espuma; su contenido de humedad era de alrededor de 27% y su contenido de un material sulfonado aniómicamente activo era de alrededor de 24%.

(b) Se produjeron, en una forma similar a la descrita en el ejemplo 7a, barras conteniendo alrededor de 32% del material sulfonado aniómicamente activo y alrededor de 30% de humedad.

(c) Se repitió el ejemplo 7a excepto que al material sulfonado usado era el descrito en el ejemplo 1a (modificado por blanqueamiento con 35% de H₂O₂ acuoso antes de la neutralización) para dar fragmentos conteniendo 87% (sobre una base seca) de material aniómicamente activo,

340302



5,6 (sobre una base seca) de aceite libre y alrededor de 1-2% de humedad. En el procedimiento de formar el jabón las proporciones usadas fueron 125 partes de estos fragmentos, 200 partes del aceite de coco, 50 partes de agua y 67,5 partes de una solución al 50% de NaOH. Las barras tenían un contenido del material sulfonado aniónicamente activo de alrededor de 27% y un contenido de agua de alrededor 20%; eran duras, tenían una buena sensación al tacto y daban una espuma un poco más rápida y más copiosa que la de los ejemplos 7a y 7b.

Ejemplo 8

Este ejemplo ilustra el uso de la olefina sulfonada en una barra de detergente para lavar conteniendo altas proporciones, por ejemplo en el margen de 40-85%, de sales mejoradoras de detergencia.

(a) Se neutralizó y sulfonó una mezcla de alqueno como la descrita en el ejemplo 1a, de la misma forma descrita en ese ejemplo, y después, fué tratada con calor en tambores calentados internamente a una temperatura de alrededor de 147-177°C para producir fragmentos conteniendo 72,8% de ingrediente aniónicamente activo, 1,2% de aceite libre y 3,1% de humedad. 38,5 partes de estos fragmentos fueron mezclados a fondo en un mezclador Hobart, con 20 partes de tripolifosfato pentasódico en polvo (Fase II anhidra), 11 partes de harina de tapioca, 30,4 partes de bicarbonato de sodio en polvo (anhidro) y pequeñas cantidades de perfume y colorante. 10 partes de agua fueron entonces mezcladas a la mezcla, la cual fué entonces pasada dos veces a través de una ansadora de jabón Lehman de 3 rodillos



y, después, fué extruída bajo un vacío de 635 mm de mercurio absolutos, a una temperatura en el margen de alrededor de 60-77°C, para formar una barra extruída continua la cual fué cortada en largos apropiados para formar barras individuales y, después, fueron prensados.

5 (b) Una mezcla de alqueno, como ha sido descrita en el ejemplo 3a fué sulfonada y neutralizada (en la misma forma general descrita en ese ejemplo) y entonces tratada con calor en un evaporador de película como en el ejemplo 1 para producir fragmentos conteniendo 96,9% de sólidos y 90,3% (sobre una base seca) de ingrediente aniómicamente activo. 27,8 partes de estos fragmentos fueron entonces mezclados a fondo en un mezclador Hobart, con 20 partes de tripolifosfato pentasódico en polvo (Fase II anidra), 11 partes de harina de tapioca, 30 partes de bicarbonato de sodio en polvo (anhidro) y pequeñas cantidades de perfume y colorante. 10,7 partes de agua fueron entonces agregadas y la mezcla fué tratada ulteriormente como en el ejemplo 8a.

15 (c) Se repitió el ejemplo 8b con la inclusión de jabón y sesquicarbonato de sodio (en lugar de bicarbonato de sodio (en lugar de bicarbonato) y un cambio en las proporciones de los ingredientes, las cuales eran: 16,5 partes de los fragmentos, 20 partes de sesquicarbonato de sodio, 30 partes de fragmentos de jabón (usando el jabón del ejemplo 1b), 20 partes de tripolifosfato de sodio, 11 partes de harina de tapioca, 2 partes de agua agregada.

25 (d) Se sulfonó y neutralizó una mezcla de alqueno como la descrita en el ejemplo 3a (en la misma forma general como la descrita en ese ejemplo) y después se trató con calor como en el ejemplo 1a, para producir fragmentos

340302

16 JUN



conteniendo 83,5% de sólidos, 79,2% (sobre una base seca) de ingrediente aniónicamente activo y 2,1% (sobre una base seca) de aceite libre. 27,2 partes de estos fragmentos fueron entonces mezcladas a fondo en un mezclador Hobart, con
5 20 partes de tripolifosfato pentasódico en polvo (Fase II anhidra), 11 partes de harina de tapioca, 30 partes de bicarbonato de sodio en polvo (anhidro) y pequeñas cantidades de perfume y colorante, 3,51 partes de agua fueron entonces agregadas y la mezcla fué tratada ulteriormente como en el ejemplo 8a.

10 (e) 16,3 partes de los fragmentos del ejemplo 8d fueron mezcladas a fondo en un mezclador Hobart, con 20 partes de tripolifosfato pentasódico en polvo (Fase II anhidra), 11 partes de harina de tapioca, 20 partes de sesquicarbonato de sodio en polvo, 30 partes de los mismos fragmentos de jabón usados en el ejemplo 8c y pequeñas cantidades de perfume y colorante, 2,2 partes de agua fueron entonces agregadas y la mezcla fué tratada ulteriormente como en el ejemplo 8a.

15 (f) 27,2 partes de los fragmentos del ejemplo 8d fueron mezcladas a fondo en un mezclador Hobart con 20 partes de tripolifosfato pentasódico en polvo (Fase II anhidra) 11 partes de harina de tapioca, 37,5 partes de finos cristales de sesquicarbonato de sodio, y pequeñas cantidades
20 de perfume y colorante, 3,55 partes de agua fueron entonces agregadas y la mezcla fué tratada aún más como en el ejemplo 8a.

25 Como se ha ilustrado en los ejemplos anteriores, cuando el procedimiento de hacer el sulfonato de alquenoilo incluye un tratamiento con ácido sulfúrico de la mezcla de
30

340302



ácido, la concentración de H_2SO_4 del ácido sulfúrico agregado es de por lo menos 60%, preferiblemente mucho mayor, por ejemplo, H_2SO_4 de 90%, 97% ó 100% u oleum de 20%, y la cantidad de agua suministrada por el ácido agregado es generalmente menor del 10% del peso de la mezcla ácida, preferiblemente menor del 5% y, lo más usualmente, menor del 3%. La temperatura de este tratamiento puede, por ejemplo, estar en el margen de alrededor de 10 a 100°C, preferiblemente en el margen de alrededor de 25 a 60°C y la duración es ventajosamente relativamente corta, preferiblemente menor de alrededor de una hora y, para mejores resultados, menor de alrededor de 20 minutos, por ejemplo 5 minutos o menos. El material tratado es preferiblemente alimentado directamente hasta entrar en contacto con un material básico para neutralizarlo, pero puede dársele un tratamiento intermedio, preferiblemente un tratamiento térmico (por ejemplo en un medio acuoso a 100-200°C) ^{antes} de neutralizarlo. La neutralización puede ser efectuada mezclando a fondo el material con un material básico y agua (por ejemplo con una solución acuosa al 10-50% de NaOH, preferiblemente, en una cantidad tal que eleve el pH a aproximadamente 10 ó más) y manteniendo la mezcla a una temperatura elevada, preferiblemente por encima de 60°C, por ejemplo, alrededor de 65-200°C.

El tratamiento con ácido sulfúrico rinde un producto el cual tiene en muchos casos una proporción más alta de sulfonatos de alqueno y una proporción menor (la cual puede, por ejemplo ser menor que 1/3 del total de sulfonatos), o ninguna, de los sulfonatos de hidroxi-alcano; una porción sustancial de su contenido de sulfonato de al-

340302



5 quenilo es a menudo delga-3,4-alquenilo sulfonato. Los de-
tergentes de sulfonatos de olefinas también pueden conte-
ner pequeñas cantidades de disulfonatos, que se presume
son producidos en el curso del tratamiento de sulfonación
por reacción del exceso de SO_3 con el sulfonato de alque-
nilo formado durante la sulfonación.

10 La alimentación de olefina que ha de ser sulfona-
da puede contener, por ejemplo olefinas de 10-30 átomos de
carbono, preferiblemente alrededor de 15 a 20 átomos de
carbono, como se ha indicado anteriormente, siendo preferi-
das las alfa olefinas, La alimentación puede contener pe-
queñas cantidades de otros constituyentes, tales como las
olefinas secundarias o internas, diolefinas, olefinas cí-
clicas, arómicas, naftenos y alcanos, y pueden ser pre-
115 ducidas por craqueo de cera de petróleo, polimerización ca-
talítica de etileno, deshidratación de alcoholes de cadena
larga, etc.

20 La reacción inicial de SO_3 y olefina puede ser
llevada a cabo de la forma conocida en la técnica, como por
alimentación de una corriente de SO_3 altamente diluida con
aire u otro gas inerte (por ejemplo con una relación molar
de gas inerte a SO_3 de 5:1 a 100:1, preferiblemente por en-
cima de alrededor de 10:1, por ejemplo 50:1 a 20:1) en con-
tacto con una corriente (por ejemplo una película fina des-
25 cendente) de alimentación de olefina. La relación molar de
 SO_3 a olefina está usualmente en el margen de alrededor de
0,5 a 1,3:1, preferiblemente alrededor de 1:1. Preferible-
mente se usa el SO_3 no complejo para la reacción con la
olefina.

30 A pesar de que la presente invención ha sido des-



crita refiriéndose a aspectos y ejemplos particulares será evidente para los expertos en la técnica que se pueden hacer variaciones y modificaciones de esta invención u que se podrán substituir equivalentes de los mismos, sin apartarse de los principios y verdadero espíritu de la invención.

Esta solicitud que corresponde a la presentada en los Estados Unidos de América el 10 de mayo de 1.966 con el número 548.825, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

15

N O T A

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:

20

1.- Mejoras introducidas en la preparación de barras detergentes caracterizadas porque éstas contienen como un componente de detergente activo de la misma, un sulfonato de alqueniolo de 10 a 30 átomos de carbono.

25

2.- Mejoras según la reivindicación 1, caracterizadas porque las barras contienen por lo menos alrededor de 20% de una olefina sulfonada de 10 a 30 átomos de carbono comprendiendo dicha olefina sulfonada dicho sulfonato de alqueniolo.

30

3.- Mejoras según las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizadas porque cada barra de tocador contiene por lo

12.6.67



menos alrededor de 60% de detergente activo.

4.- Mejoras según las reivindicaciones 1-3, en las que el contenido de aceite libre de dicha olefina sulfonada es de alrededor de 1 a 12%.

5 5.- Mejoras según cualquiera de las reivindicaciones 1-4, caracterizadas porque cada barra comprende una mezcla de jabón y dicha olefina sulfonada.

6.- Mejoras según la reivindicación 5, en las que la relación de jabón a olefina sulfonada es de alrededor de 3:7 a 7:3.

7.- Mejoras según cualquiera de las reivindicaciones 1-6, en las que dicha olefina sulfonada es el principal componente detergente de dicha barra.

8.- Mejoras según cualquiera de las reivindicaciones 2 a 7, en las que dicha olefina sulfonada comprende sulfonato de hidroxialcano y una proporción principal de sulfonato de alquenilo.

9.- Mejoras según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizadas porque cada barra de lavar para trabajo pesado, contiene sales mejoradoras de detergencia en una cantidad en exceso de la cantidad de detergente.

10.- Mejoras según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, caracterizadas porque las barras se producen amasando y, después extruyendo dicho detergente.

11.- Mejoras según la reivindicación 10, caracterizadas porque cada barra contiene alrededor de 3 a 10% de humedad.

12.- Mejoras según la reivindicación 5, caracterizadas porque las barras de tocador se producen mezclando dicha olefina sulfonada, un ácido graso formador de jabón



y un alcali, para formar dicho jabón in situ, a una temperatura a la que se derrite la mezcla resultante y, después solidificando la mezcla derretida.

5 13.- Mejoras según la reivindicación 12, caracterizadas porque las barras contienen alrededor de 20 a 30% de humedad.

10 14.- Mejoras en barras de tocador según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13, en las cuales el sulfonato de alquenilo es una sal sódica que tiene un promedio de 15 a 20 átomos de carbono.

15 15.- Mejoras en las barras de tocador según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13 en las cuales sulfonato de alquenilo es una sal potásica que tiene un promedio de 15 a 20 átomos de carbono.

16.- Mejoras introducidas en la preparación de barras detergentes.

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

20 Esta Memoria consta de treinta y cuatro hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

16 JUN. 1967

P.A.
Alberto de Arriba
Perkins

340302