



Span 3237

344,466

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

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACIÓN DE CONCENTRADOS ACUOSOS QUE CONTIENEN PERBORATO DISUELTO", a favor de la firma alemana HENKEL & CIE. GmbH, residente en DUSSELDORF-HOLTHAUSEN (Alemania) Henkelstr. 67

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

- El perborato sódico corriente en el comercio (perhidrato de metaborato sódico), de la fórmula $\text{NaBO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}_2 \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$, es un oxidante y blanqueador de muchas aplicaciones, que al ser disuelto en agua se descompone en metaborato sódico y peróxido de hidrógeno y entonces reúne los efectos del peróxido de hidrógeno, que desprende oxígeno, con los del metaborato, de reacción alcalina. A causa de la poca solubilidad del perborato sódico en el agua, que es aproximadamente de 1,34 g/100 cc a 15°C, no es posible, a diferencia del peróxido de hidrógeno, preparar solu-
- 5.
- 10.

**POOR
QUALITY**



= 2 =

344466

ciones acuosas de perborato sódico en concentraciones que permitan un aprovechamiento económico.

- Sin embargo, para muchos fines de empleo, en particular en la lavandería en el blanqueo textil, en la industria de los metales y en la cosmética, es deseable disponer de soluciones o pastas más concentradas de oxidante, que entonces se añaden a los baños de tratamiento. Las suspensiones acuosas de perborato sódico no alcanzan a realizar el fin deseado, porque aún sacudiendo o agitando antes del uso el perborato depositado no se tiene ninguna garantía de que la suspensión acuosa de perborato tomada del recipiente de reserva presente siempre el mismo contenido de perborato. Además, el perborato sólo se disuelve con lentitud en el baño de tratamiento. Por lo tanto, se emplean con frecuencia, sobre todo en la preparación industrial de géneros textiles y en la lavandería, soluciones de peróxido de hidrógeno de concentración más elevada, por ejemplo en la escala de 30 a 60 % de H_2O_2 , cuyo manejo sin embargo exige precauciones.
5. Este invento se refiere a concentrados acuosos, líquidos o pastosos, que contienen perborato en disolución, y en los que la concentración de perborato disuelto es mucho mayor de lo que corresponde a la solubilidad del perborato en el agua. El invento se refiere además a la preparación de tales concentrados, utilizables como blanqueadores y oxidantes.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.



= 3 =

344466

Los concentrados acuosos de este invento que contienen perborato disuelto y que son utilizables como blanqueadores y oxidantes se caracterizan por los rasgos siguientes:

5. a) el contenido de perborato de los concentrados es de 3 a 40%, y preferentemente 5 a 30%, en peso, respecto al $\text{NaBO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}_2 \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$
10. b) los concentrados contienen hidróxido potásico y/o sales potásicas, no oxidables, de ácidos inorgánicos polibásicos, en tales cantidades que por cada parte en peso de perborato (referido como $\text{NaBO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}_2 \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$) existan a lo menos 0,3 partes en peso, y de preferencia 0,5 a 5 partes en peso, de dichos compuestos potásicos, sin que la cantidad del compuesto potásico constituya la mayoría de las veces más del décuplo de la cantidad de perborato.
15. c) la cantidad en peso del potasio existente en total en los concentrados en forma de dichos compuestos, es a lo menos la mitad de la cantidad en peso del sodio existente en total en el concentrado en forma de sus compuestos e importa preferentemente de 1 a 16
20. veces, y en particular de 2 a 10 veces, esta cantidad, sin que se sobrepase la mayoría de las veces de una proporción K : Na de 20 : 1.

25. El grado de mejora de la solubilidad del perborato sódico que se logra con este invento es distinto de un caso a otro; depende del compuesto potásico presente



= 4 =

344466

cada vez, de su concentración y de la proporción cuantitativa del compuesto potásico respecto al perborato.

En calidad de perborato sódico se emplea preferentemente el producto comercial de la composición

5. aproximada $\text{NaBO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}_2 \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$; pero también puede emplearse perborato deshidratado en parte o por completo hasta la composición $\text{NaBO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}_2$.

Según el invento son utilizables, además del hidróxido potásico, por ejemplo las sales potásicas de los

10. siguientes ácidos inorgánicos polibásicos no oxidables: ácido sulfúrico, ácido ortofosfórico, ácido pirofosfórico, ácido polifosfórico, ácido carbónico o ácido silícico. Siempre que de estos ácidos existan sales potásicas ácidas, pueden emplearse también éstas; igualmente son utilizables las

15. sales dobles de sodio-potasio, siempre que con ellas no se corra hacia el campo indeseado la proporción cuantitativa de potasio: sodio.

De estas sales han adquirido particular importancia práctica el dihidro-fosfato dipotásico, el pirofosfato tetrapotásico y el tripolifosfato pentapotásico,

20. por cuanto los concentrados preparados con estas sales están estabilizados en alto grado contra las pérdidas de oxígeno. Los pirofosfatos son en este aspecto todavía superiores a los tripolifosfatos. Si por motivos especiales, por ejemplo

25. por aspirarse al empleo de los concentrados como agentes de lavado o de blanqueo de géneros textiles, interesara la



= 5 =

344466

presencia de tripolifosfato, este último debería ventajosamente hallarse presente en cantidad que no sobrepasara los dos tercios de la cantidad total de pirofosfato y tripolifosfato.

5. Para componer los preparados de este invento, se combinan por el orden de sucesión que se quiera sus componentes: perborato, compuesto potásico y agua, y es recomendable favorecer la disolución mediante agitación y/o calentamiento ligero. Muy ventajosamente, puede disolverse el

10. perborato en una solución acuosa del compuesto potásico. La concentración del compuesto potásico puede oscilar entonces dentro de amplios límites, y más precisamente desde un 2 % de compuesto potásico hasta el límite de la solubilidad a la temperatura del caso. Preferentemente se actúa

15. con soluciones del 5 al 50 %. Estas cifras de concentración valen también, como es lógico, para los casos en que se disuelve en agua una mezcla sólida de perborato y compuesto potásico.

En general, se disuelve el perborato a temperaturas de 5° C a 40° C. A temperaturas por debajo de 15° C, y en particular de 10° C, la solubilidad de los componentes es tan escasa que muchas veces no se llega ya a soluciones completamente límpidas. Ciento que la solubilidad y la rápida de disolución mejoran con el aumento de la temperatura; pero al mismo tiempo crece el peligro de la descomposición

20. del perborato, que nuevamente depende de la presencia de

25.



6 =

344466

compuestos de reacción ácida, neutra o alcalina, de los catalizadores de descomposición para los percompuestos, que pueden hallarse por ejemplo en forma de impurezas, o de los perestabilizadores. Según sean estas circunstancias, 5. al disolver puede calentarse más o menos intensamente; sin embargo, la mayoría de las veces bastan temperaturas hasta 30°C.

Para la composición pueden emplearse sales potásicas como las que se originan de los correspondientes 10. ácidos polibásicos por neutralización total o parcial y que dan reacción ácida, neutra o alcalina.

Se tiene así a mano la posibilidad de reducir o aumentar los índices de pH de las soluciones de perborato e influir así en la estabilidad del perborato. El pH de los 15. preparados de este invento puede hallarse en la escala de 3 a 14; en los productos destinados al lavado y el blanqueo en los usos domésticos y en los trabajos industriales, están indicados preferentemente índices de pH en la escala de 6 a 14 y de preferencia de 7 a 10,5. No obstante, la estabi- 20. lidad de los preparados, según todas las apariencias, no depende solamente del pH, sino también del compuesto potásico empleado en cada caso para ajustar el pH. Así, con los sulfatos, los tripolifosfatos y los pirofosfatos de potasio se obtienen soluciones más estables que con los carbonatos 25. o respectivamente con el hidróxido potásico.



= 7 =

344466

Los preparados de este invento pueden contener, además de las substancias que se han citado hasta aquí, otras materias capaces de reforzar la acción del perborato en el eventual proceso de oxidación y blanqueo. Pue-

5. de tratarse en tal caso de substancias inorgánicas u orgánicas, disueltas, emulsionadas en forma de líquidos o suspendidas como materia sólida. Pertenecen a ellas, sobre todo, los estabilizadores conocidos para los percompuestos. Pero también pueden incorporarse bactericidas o fungicidas, anticorrosivos, aclaradores ópticos, perfumes y colorantes a los concentrados.
- 10.

Siempre que los oxidantes y blanqueadores de este invento contengan ingredientes emulsionados o suspendidos, es recomendable incorporar espesantes u otros estabilizadores de la emulsión o la suspensión, como por ejemplo las sales solubles en agua del ácido poliacrílico o del ácido polimetacrílico.

- 15.
- Se ha descubierto que para este fin tienen muy buena aptitud las sales solubles en agua de los polímeros vinílicos, provistos de grupos carboxílicos, cuyas soluciones acuosas al 1%, libres de otras materias disueltas, en particular de otros electrólisis, tienen a un pH de 7 y a una temperatura de 20° C, una viscosidad de 5000 cP a lo menos y preferentemente de 7000 a 100 000 cP.
- 20.

25. Estos polímeros provistos de grupos carboxíli-



= 8 =

344466

- cos son asequibles por polimerización de ácidos monocarboxílicos alfa,beta-insaturados, con 3 a 5 átomos de carbono. Preferentemente son utilizables como monómeros el ácido acrílico, el ácido metacrílico, el ácido alfa-cloroacrílico y el ácido alfa-cianoacrílico. La polimerización de estos
5. compuestos se efectúa en presencia de pequeñas cantidades de agentes de reticulación, es decir, de materias polimerizables que contienen por lo menos dos grupos olefínicos terminales. A estas materias pertenecen los más diversos
10. hidrocarburos, ésteres, éteres o amidas, como por ejemplo el divinilbenceno, la divinilnaftalina, el polibutadieno, el diacrilato de etilenglicol, la metilen-bis-acrilamida, el acrilato de alilo, los ésteres alquenílicos de azúcares o de alcoholes sacarinos, los anhídridos de ácido, etc.,
15. La polimerización puede efectuarse en condiciones en las que los grupos carboxílicos libres forman anhídridos. Estos grupos de anhídridos vuelven a desdoblarse durante la composición de las suspensiones de este invento.

- En la polimerización, la reticulación ocasiona
20. un considerable aumento del peso molecular de los productos del procedimiento. Pero sólo debe llegar hasta tal punto que los polimerizados, en forma de sus sales alcalinas, sean perfectamente solubles en agua y la viscosidad de la solución acuosa al 1 % de las sales sódicas se halle dentro de la
25. escala reivindicada. Los índices de viscosidad valen para



= 9 =

344466

las soluciones en agua destilada, es decir, sin adición de otras materias solubles, porque de otro modo puede influirse en la viscosidad. Se mide con un viscosímetro Brookfield.

- Estos polimerizados no solo son excelentes estabilizadores de la suspensión y espesantes, sino que estabilizan también los percompuestos.
- 5.

La consistencia de los preparados depende tanto de la cantidad de los ingredientes suspendidos que ellos contienen como de la viscosidad de la fase acuosa.

10. En la práctica las suspensiones verticales se prefieren con frecuencia a las preparaciones pastosas, porque las primeras se pueden dosificar y distribuir mejor en las soluciones acuosas de tratamiento.

15. Los concentrados de este invento pueden contener también tensiuros. Se trata sobre todo de tensiuros no oxidables, es decir, libres de enlaces dobles olefinicos o de otros grupos oxidables.

20. La estructura de muchos de los tensiuros utilizables según el invento corresponde al principio general: ligadura de un radical hidrófobo con un grupo hidrófilo en una misma molécula. Para los fines del invento están indicados los tensiuros estables a la oxidación, con radicales, predominantemente saturados, que contiene 8 a 24 y preferentemente 10 a 18 átomos de carbono y con grupos hidrófilos
25. aniónicos o no iónicos. Los radicales hidrófobos saturados



344466

son preferentemente de naturaleza alifática; pueden derivarse de ácidos grasos de alcoholes grasos.

- A los tensiuros aniónicos de carácter predominantemente saturado pertenecen, por ejemplo, los sulfatos de alquilo o los sulfatos de éter alquílico que se obtienen, verbigracia, a partir de productos de adición de ácido de etileno y/o óxido de propileno a alcoholes grasos; los sulfonatos de alquilo, los sulfonatos de alquilarilo y asimismo los productos de condensación de ácidos grasos con ácidos oxicarboxílicos, ácidos oxisulfónicos, ácidos aminocarboxílicos o ácidos aminosulfónicos. En estos tensiuros aniónicos, el radical alquílico o acílico contiene preferentemente de 10 a 18 átomos de carbono.
- 5.
- 10.

- A los tensiuros no iónicos pertenecen, por ejemplo, los productos de adición de óxido de etileno u óxido de etileno y óxido de propileno a alcoholes grasos, ácidos grasos, alquilonoles, amidas de ácido graso, alquilolamidas de ácido graso y compuestos no oxidables semejantes con hidrógeno reactivo. El número de los radicales de etilenglicol presentes en la molécula puede variar entre 4 y 20, y preferentemente entre 5 y 15, y debería bastar para conferir a los productos puntos de enturbiamiento de 20° C a lo menos y preferentemente de 40° C a lo menos.
- 15.
- 20.

- Para los fines del invento es utilizable otro grupo más de tensiuros no iónicos, que se diferencian de los descritos hasta ahora por la naturaleza del radical hidro-
- 25.



= 11 =

344466

- fobo y por la presencia de varios grupos hidrófilos en una misma molécula. Se trata en este caso de polimerizados de bloque, que se obtienen por adición de óxido de etileno a polipropilenglicoles insolubles en agua de peso molecular elevado o a productos de reacción, insolubles en agua y de peso molecular elevado, a base de óxido de propileno y diaminas. Estos últimos tensiuros están descritos con mayor detalle en la literatura; véase K. Lindner: "Tenside, Textilhilfsmittel, Waschrohstoffe", 2ª edición, Stuttgart 1964, páginas 152-156.

A los tensiuros no iónicos pertenecen también los aminoóxidos de peso molecular elevado.

- De estos tensiuros se eligen con preferencia los que son más estables a las sales y que además estabilizan por su parte el oxígeno del perborato sódico.

- Muchos de los tensiuros enumerados antes tienen marcado poder espumante, que puede acrecentarse o reducirse por la combinación apropiada de diversos tensiuros; asimismo pueden añadirse estabilizadores de la espuma o inhibidores de la espuma.

- Con frecuencia se recomienda el empleo complementario de materias hidrotropas no oxidables o sólo poco oxidables. Como tales son aptas, por ejemplo, la cianamida, la dicianidamida o la urea, y asimismo los sulfonatos inferiores de arilo o alquilarilo, como las sales solubles en agua



= 12 =

344466

del ácido bencensulfónico, toluensulfónico o xilensulfónico.

Pueden hallarse también presentes otros aditivos usuales para los fines de empleo de cada caso; como por ejemplo bactericidas o fungicidas, anticorrosivos, blanqueadores ópticos, perfumes y colorantes, etc.

5. Estas materias auxiliares y complementarias pueden hallarse en forma de sales de ácidos inorgánicos u orgánicos y emplearse en forma de las sales sódicas o de las sales potásicas. El sodio y/o potasio introducidos en esta forma entrar en la relación K : Na definida antes.

10. Dado que los concentrados de este invento pueden prepararse por disolución de mezclas en agua de los componentes secos, pulverulentos o granulados, tales mezclas secas pueden ponerse en el comercio en forma de polvos, granulados, pastillas, bolas u otros comprimidos. La higroscopicidad existente en los diversos compuestos de potasio se atiende mediante la elección correspondiente del material de embalaje. A base de estos preparados secos se preparan soluciones de reserva o de consumo, que luego pueden emplearse para los más diversos fines. Esta posibilidad es interesante particularmente para los preparados que desprenden gradualmente el oxígeno activo ya a la temperatura ambiente. Las mezclas sólidas tienen excelente estabilidad de almacenamiento; los concentrados acuosos que de ellas se preparan y que sirven de soluciones de reserva o de consumo reúnen las ventajas del
- 15.
- 20.
- 25.



= 13 =

344466

estado de agregación líquido con el desprendimiento gradual del oxígeno, ventajoso para muchos fines de empleo.

- Los concentrados de perborato de este invento son utilizables en la técnica, en la industria y en los usos domésticos para los más diversos fines. Como ejemplos cabe citar el lavado y/o el blanqueo de géneros textiles en el hogar y en la industria, el blanqueo de géneros textiles o de sus productos previos en la industria textil, las operaciones de oxidación en tintorería y en estampación, la desintegración de almidón, la desinfección y la esterilización, el uso para tratamientos cosméticos, en particular para la fijación de ondulaciones permanentes, preferentemente en frío, la preparación de baños oxigenados, el uso como auxiliar de panificación, el empleo para preparar materiales de construcción, como por ejemplo yeso poroso u hormigón poroso, el empleo para el tratamiento de superficies metálicas, el empleo para blanquear paja, madera, pastas de paja, pastas de madera, marfil y materias naturales semejantes; para el blanqueo de aceites, grasas y ceras, para el uso en procedimientos de revelado fotográfico y asimismo como catalizadores en la polimerización de compuestos orgánicos, particularmente para la preparación de materias sintéticas o productos previos de las materias sintéticas. Para todos estos fines resulta ventajosa la posibilidad de poder utilizar soluciones o pastas de perborato con una concentración más elevada que de ordinaria.
- 5.
 - 10.
 - 15.
 - 20.
 - 25.



344466

EJEMPLOS

Las cantidades que se indican en los Ejemplos son partes en peso o porcentajes en peso; Las lejías potásicas y respectivamente las soluciones de sal potásica son soluciones acuosas. Siempre que no se den indicaciones más precisas respecto a la temperatura, se entiende que los preparados se compusieron y almacenaron a temperatura de unos 20°C.

10. Para la composición de los preparados descritos en los Ejemplos 11 a 13 se utilizó un polímero de vinilo provisto de grupos carboxílicos e hinchable en agua, débilmente reticulado, presente en forma del ácido libre y con un índice de acidez de 754. Para determinar la viscosidad de la solución acuosa al 1% de la sal sódica del polimerizado,
15. se hinchó en agua destilada una cantidad correspondiente del ácido libre; luego se añadió lejía diluída de sosa cáustica en cantidad un poco menor de la necesaria para la neutralización y se agitó en ocasiones. Con esto, el polimerizado se disolvió. Luego se ajustó a pH 7 por adición de más
20. lejía de sosa cáustica. (Al preparar soluciones de esta clase, se recomienda controlar el pH al cabo de unos 30 minutos de reposo; si hubiera bajado un poco, hay que añadir lejía y volver a medir al cabo de 30 minutos.) La solución acuosa así obtenida tenía una viscosidad de unos 50 000 cP, medida
25. a 20°C en el viscosímetro de rotación Brookfield "RVT", con



= 15 =

empleo del husillo 6.

344466

EJEMPLO 1

En 80 partes de una solución al 10 % de sulfato potásico, se disolvieron con agitación 5 partes de perborato sódico del corriente en el comercio. La solución acuosa límpida que así se originó tenía un pH de 10. Desprendía su oxígeno activo con lentitud y uniformidad: al cabo de 24 horas, existía todavía alrededor del 77 % de la cantidad original de oxígeno activo, y al cabo de 48 horas, alrededor del 49 %.

10. EJEMPLO 2

En 80 partes de una solución acuosa al 25 % de bicarbonato potásico, se disolvieron con agitación 10 partes de perborato sódico, La solución límpida obtenida tenía un pH de 8,8. Desprendió todo su oxígeno activo en 24 horas, y el desprendimiento del oxígeno activo se distribuyó uniformemente en este período.

EJEMPLO 3

En 80 partes de una solución al 40 % de carbonato potásico, se disolvieron con agitación 15 partes de perborato sódico. La solución límpida obtenida tenía un pH de 9,7.



= 16 =

344466

Desprendió su oxígeno activo rápidamente, de tal modo que al cabo de 24 horas sólo existía todavía alrededor del 28% del oxígeno activo, y al cabo de 48 horas, alrededor del 10%.

- Una solución de esta clase pudo prepararse también, manteniendo las cantidades anteriores, por disolución en agua de la mezcla de las sales citadas.
- 5.

EJEMPLO 4

- En 80 partes de una solución al 50 % de pirofosfato tetrapotásico, se disolvieron con agitación 20 partes de perborato sódico. La solución límpida obtenida tenía un pH de 10,3. A pesar de este pH relativamente alto, la solución desprendió su oxígeno activo más lentamente que las soluciones de los Ejemplos 1 a 3. Al cabo de 24 horas existía todavía en la solución alrededor del 98 % de la cantidad original de oxígeno activo; al cabo de 48 horas, alrededor del 97 %; y al cabo de 72 horas, al rededor del 92 %.
- 10.
- 15.

EJEMPLO 5

- Cuando, actuando conforme al Ejemplo 4, se reemplazó la solución de pirofosfato tetrapotásico por la misma cantidad de una solución al 50 % de tripolifosfato pentapotásico, se obtuvo una solución límpida, con un pH de 10,1. También esta solución desprendió su oxígeno activo más des-
- 20.



= 17 =

344466

pacio que las soluciones de los Ejemplos 1 a 3. Al cabo de 24 horas, existía todavía alrededor del 88 % del oxígeno activo y al cabo de 48 horas, alrededor del 83 %.

EJEMPLO 6

5. Cuando, procediendo según el Ejemplo 4, se reemplazó la solución de pirofosfato tetrapotásico por la misma cantidad de una solución al 50 % de pirofosfato potásico ácido (dihidrodifosfato dipotásico), pudieron disolverse en 80 partes de esta solución hasta 46 partes de perborato sódico. Se obtuvo una solución límpida con un pH de 6,4 que tiene muy buena estabilidad en almacenamiento.

Una solución de esta clase puede prepararse también, manteniendo las cantidades anteriores, por disolución de la mezcla de dichas sales en agua.

15.

EJEMPLO 7

20. En 80 partes de una solución al 19% aproximadamente de ortofosfato monopotásico, se disolvieron con agitación 20 partes de perborato sódico. La solución límpida obtenida tenía un pH de 7,2. Desprendía su oxígeno activo despacio y muy regularmente. Al cabo de 24 horas existía todavía alrededor del 96,5 % del oxígeno activo empleado, y al cabo de 48 horas, el 95,5%.



344466

EJEMPLO 8

- En 80 partes de una solución al 50% de ortofosfato dipotásico, se disolvieron a la temperatura ambiente, con agitación, 20 partes de perborato sódico. La solución
5. límpida así obtenida tenía un pH de 10,4. A pesar de este pH elevado, el oxígeno activo sólo se desprendía lentamente. Al cabo de 24 horas de almacenamiento a la temperatura ambiente, existía todavía 96 % del oxígeno activo.

EJEMPLO 9

10. En 80 partes de una solución al 50 % de ortofosfato tripotásico se disolvieron a la temperatura ambiente, con agitación, 9 partes de perborato sódico. El pH de la solución límpida obtenida era de 11,5. El oxígeno activo se desprendió un poco más deprisa, pero, a pesar de la gran alcali-
15. nidad, muy regularmente. Al cabo de 24 horas existía todavía 79% de la cantidad original de oxígeno activo, y al cabo de 48 horas, 62 % todavía.

- Una solución de esta clase pudo prepararse también, manteniendo las cantidades anteriores, mediante
20. disolución de la mezcla de dichas sales en agua.



= 19 =

344466

EJEMPLO 10

5. En 80 partes de una lejía potásica al 50 %, se disolvieron a la temperatura ambiente, con agitación, 20 partes de perborato sódico. La solución límpida obtenida desprendía el oxígeno activo, a pesar de su gran alcalinidad, con moderada rapidez y muy regularmente. Al cabo de 24 horas existía todavía alrededor del 51 % del oxígeno activo; al cabo de 48 horas, alrededor del 27 %; y al cabo de 72 horas, alrededor del 13 %.

10. EJEMPLO 11

15. En una mezcla de 20 partes de perborato sódico y 2 partes del polimerizado que se ha descrito antes, se introdujeron gradualmente y con agitación, a la temperatura ambiente, 78 partes de una solución al 50 % de pirofosfato tetrapotásico. En la fase acuosa, en la que se había suspendido primeramente el perborato, el polimerizado se disolvió pasando por un estado de hinchazón. La suspensión opaca se fue transformando gradualmente en una solución transparente, la cual se espesó con el reposo, formando una pasta estable
20. en el almacenamiento. A causa de la gran consistencia de la pasta, no pudo medirse perfectamente su pH; una solución al 1 % de esta pasta en agua destilada presentó un pH de 9,5.



= 20 =

344466

Al cabo de 3 semanas de almacenamiento a la temperatura ambiente, la pasta contenía todavía 97,4 % de su contenido inicial de oxígeno activo.

EJEMPLO 12

5. Cuando se actuó según las indicaciones generales del Ejemplo 11, pero reemplazando el pirofosfato potásico neutro por la misma cantidad de tripolifosfato pentapotásico, la suspensión formada al principio se solidificó más despacio, de modo que el pH del concentrado pudo determinarse en 8,35. Una solución acuosa al 1% de la pasta presentó un pH de 9,2. También esta pasta resultó muy estable en el almacenamiento; al cabo de tres semanas contenía todavía 92 % del oxígeno activo existente al principio.

EJEMPLO 13

15. Se agitó en 60 partes de una solución al 50 % de pirofosfato tetrapotásico una mezcla de 15 partes de perborato sódico y 2 partes del polimerizado que se ha descrito antes. El polimerizado se disolvió en la fase acuosa después de pasar por un estado de hinchazón, y al cabo de algún tiempo, se originó una solución transparente, que fue mezclada con 23 partes de una solución de 10 partes de un producto de



= 21 =

344466

- adición de 10 moles de óxido de etileno a 1 mol de nonilfenol y 13 partes en peso de agua. Después de algún reposo se formó una pasta que, en solución al 1 %, tenía un pH de 9,5 aproximadamente. Al cabo de 3 semanas de almacenamiento,
5. existía en la pasta todavía 99 % de la cantidad original de oxígeno activo.

EJEMPLOS 14 a 23

- En ocasiones se desea preparar soluciones acuosas que contengan menos oxígeno activo que las de los Ejemplos
10. precedentes, pero cuyo contenido de perborato sea superior al de una solución ^{acuosa} de perborato sódico saturada a 20° C. Se necesita en tal caso, como permiten reconocer las formulaciones compendiadas en la tabla que sigue, mucho menos hidróxido potásico o respectivamente sales potásicas de ácidos inorgánicos polibásicos. Al mismo tiempo, puede disolverse tanto la mezcla de sales en agua como el perborato sódico en una solución del respectivo compuesto potásico.
- 15.



344466

TABLA 1

Composición de los preparados según los Ejemplos 14 a. 23

Ejemplo Nº	Componente y cantidad total del preparado, en gramos			
	Perborato sódico	Compuesto potásico	H ₂ O	Solucion
5. 14	3,5	2 K ₂ SO ₄	98	103,5
15	4,0	2 K ₄ P ₂ O ₇	98	104
10. 16	4,0	2 K ₅ P ₃ O ₁₀	98	104
17	4,5	2 K ₂ H ₂ P ₂ O ₇	98	104,5
18	5,0	2 KOH	98	105
19	7,0	5 K ₂ SO ₄	95	107
20	6,0	5 K ₄ P ₂ O ₇	95	106
15. 21	4,5	5 K ₅ P ₃ O ₁₀	95	104,5
22	8,0	5 K ₂ H ₂ P ₂ O ₇	95	108
29	9,0	5 KOH	95	109



= 24 =

344466

N O T A

Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención, las siguientes reivindicaciones, con prioridad de la solicitud de patente alemana nº H 60 349 IVc/8i del 26 de Agosto de 1966.

5. 1. Procedimiento para la preparación de concentrados acuosos que contienen perborato disuelto, utilizables como agentes de blanqueo y de oxidación, caracterizado por las notas siguientes:
10. a) el contenido de perborato de los concentrados es de 3 a 40 % en peso, respecto al $\text{NaBO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}_2 \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$,
15. b) los concentrados contienen hidróxido potásico y/o sales potásicas, no oxidables, de ácidos polibásicos inorgánicos, en cantidades tales que por cada parte en peso de perborato (referido como $\text{NaBO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}_2 \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$) existen de 0,3 a 10 partes en peso de dichos compuestos potásicos
20. c) la cantidad en peso del potasio total que en forma de sus compuestos existe en el concentrado es de 0,5 a 20 veces la cantidad en peso del sodio total existente en forma de sus compuesto en el concentrado.



= 25 =

344466

2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado en que el contenido de perborato de los concentrados se halla en la escala de 5 a 30 % en peso.
5. 3. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado en que la proporción, definida en b) de la reivindicación 1, de compuesto potásico a perborato se halla en la escala de 0,5 - 5 : 1, mientras la proporción, definida en c) de la reivindicación 1, de K a Na se halla en la escala de 1 - 16 : 1 y, en particular, de 2 - 10 : 1.
10. 4. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado en que las sales potásicas de ácidos polivalentes se derivan del ácido carbónico o del ácido silícico, y preferentemente de los ácidos ortofosfóricos, pirofosfóricos o polifosfórico.
15. 5. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado por presentar índices de pH en la escala de 3 a 14, y preferentemente de 6 a 11.
20. 6. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado por un contenido ulterior de sales solubles en agua de polimerizados de vinilo, provistos de grupos carboxílicos, cuya solución acuosa al 1 % de la sal sódica, exenta prácticamente de otras materias disueltas, presenta a un pH de 7 y una temperatura de 20° C, una viscosidad
25. de 5000 cP a lo menos, y preferentemente de 7000 a 100000 cP



= 26 =

344466

7. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado por tener un pH en la escala de 6 a 12, y preferentemente de 7 a 10,5, y por contener, en calidad de sales potásicas de ácidos inorgánicos polivalentes,
5. en esencia hidropirofosfato dipotásico, pirofosfato tetrapotásico y eventualmente tripolifosfato pentapotásico, en cuyo caso la cantidad de tripolifosfato pentapotásico eventualmente existen constituye a lo sumo los dos tercios del peso total de estas sales.
10. 8. Procedimiento, según las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado en que los componentes sólidos se juntan por el orden de sucesión que se quiere.
15. 9. Procedimiento según la reivindicación 8, caracterizado en que el perborato, eventualmente mezclado con el polímero según la reivindicación 6, se disuelve en una solución acuosa del compuesto potásico.
20. 10. Procedimiento, según la reivindicación 8, caracterizado por disolverse en la cantidad correspondiente de agua una mezcla seca de los componentes que en el concentrado listo están dispuestos o suspendidos en agua.
11. Procedimiento según la reivindicación 10, caracterizado por:
- a) un contenido de perborato sódico



= 27 =

344466

5. b) un contenido de hidróxido potásico y/o de sales potásicas, no oxidables, de ácidos polibásicos orgánicos, en tales cantidades que por cada parte en peso de perborato sódico (referido como $\text{NaBO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}_2 \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$) existen de 0,3 a 10 partes en peso de dichos compuestos potásicos,
10. c) y en que la cantidad en peso de potasio total existente en forma de sus compuestos en dicho agente es de 0,5 a 20 veces la cantidad en peso del sodio total existente en forma de sus compuestos en el concentrado.

15. 12. Procedimiento según la reivindicación 11, caracterizado en que la proporción definida en la reivindicación 11, b) de los compuestos potásicos allí citados respecto al perborato sódico se halla en la escala de 0,5-5 : 1, mientras que la proporción K : Na, definida en dicha reivindicación, c), se halla en la escala de 1-16 : 1 y particularmente de 2-10 : 1.

20. 13. Procedimiento según las reivindicaciones 11 y 12 caracterizado en que las sales potásicas de ácidos polivalentes se derivan del ácido carbónico o del ácido silícico, y preferentemente de los ácidos ortofosfóricos, pirofosfórico o polifosfórico.

14. Procedimiento según las reivindicaciones 11 a 13



344466

5. caracterizado por un contenido ulterior de sales solubles en agua de polimerizados de vinilo, provistos de grupos carboxílicos, cuya solución acuosa al 1 % de la sal sódica, prácticamente exenta de otras materias disueltas, tiene, a un pH de 7 y una temperatura de 20° C, una viscosidad de 5000 cP a lo menos, y preferentemente de 7000 a 100 000 cP.

10. 15. Procedimiento según las reivindicaciones 11 a 14, caracterizado por hallarse los agentes en forma de granulados o de comprimidos, tales como en forma de pastillas o de bolas.

16. Procedimiento para la preparación de concentrados acuosos que contienen perborato disuelto.

15. Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 28 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 25 de Agosto 1967

p.a.

JAIMÉ ISERN

Intepuor JOSE RODRIGUEZ