

350381

10 FEB



MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de una

PATENTE DE INVENCION

Solicitante: UNILEVER N.V.

Residencia: Museumpark 1, ROTTERDAM, Holanda.

Enunciado: "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE PAS
TILLAS DE TOCADOR SINTETICAS A BASE DE DE
TERGENTE - JABON".

Prioridad: de la solicitud de patente británica No.
7499/67 de 16 de Febrero de 1.967.

tm.



Este invento se refiere a una pastilla de tocador de detergente-jabón sintético mejorada.

5 Con anterioridad se han propuesto numerosas composiciones para la fabricación de pastillas de tocador contentivas de importantes proporciones de un detergente sintético, no jabonoso mezclado con jabón, combinándose jabón y sintético para eliminar algunos de los inconvenientes de cada uno de ellos. Por ejemplo, los detergentes sintéticos que aumentan la capacidad de formación de espuma de la composición inhiben también a menudo la tendencia del jabón a formar espuma en agua dura. El componente jabonoso efectivamente combate las propiedades mecánicas indeseables de los detergentes no jabonosos que los hace difíciles o imposibles de preparar en forma de barras usando los procesos convencionales para jabón de tocador de moltura, batido y conformación mediante estampado. Las barras hechas enteramente a partir de detergentes sintéticos resultan de ordinario deficientes en cuanto a plasticidad. Ya se propuso previamente añadir una cantidad plastificante de agua, pero si bien esta solución al problema permite fabricar la barra cuando se reduce el contenido de agua almacenada por evaporación natural, la barra puede agrietarse o desintegrarse o se vuelve excesivamente dura de tal modo que es preciso una excesiva cantidad de frotación para obtener espuma cuando se utiliza la pastilla.

15 Es bien conocido en la industria jabonera que las propiedades de las mezclas particulares usadas no constituyen simplemente el término medio de las propiedades de los jabones individuales contenidos en las mismas. Un grado considerable de interacción entre los componentes afecta todas las propiedades en gran medida. La dirección y alcance de estas interacciones que afectan cada propiedad individual no son en general predecibles, pero en el caso



de los jabones corrientes, se ha creado en los últimos años un gran cuerpo de conocimiento empírico en relación con este comportamiento. Con todo, y pese a este conocimiento empírico de mezclas jabonosas, no existe un cuerpo correspondiente de conocimiento fundamental que permita una predicción válida de las propiedades a partir de los datos de composición y, por consiguiente, el conocimiento empírico emanante de la industria jabonera resulta de poca validez cuando se extiende a consideraciones de mezclas no jabonosas, en particular cuando el detergente no jabonoso constituye una parte considerable del activo en la composición.

El presente invento tiende a proporcionar una pastilla de tocador que posea un rendimiento de espuma satisfactorio y propiedades de uso, junto con excelentes propiedades de dispersión de la espuma, y que no plantea el problema de una deficiente plasticidad normalmente asociado a las barras detergentes en extremo no jabonosas. Estas pastillas son más suaves para la piel que las pastillas de jabón corrientes. La detergencia es excepcional para una pastilla de tocador, siendo eficaz para una gran eliminación de manchas mientras retiene la suavidad característica. Estas pastillas pueden fabricarse fácilmente con un equipo corriente, utilizando técnicas convencionales en la producción de pastillas de tocador.

Por consiguiente, este invento se refiere a una pastilla de tocador de detergente-jabón sintético, en la cual el detergente sintético consiste esencialmente en un alqueno sulfonato y el jabón consiste esencialmente en un jabón de un ácido alifático monocarboxílico de longitudes de cadena de carbono que se extienden en los límites de 8-20, y en la cual se halla presente el alqueno sulfonato (expresado en 100% a.d.) en una cantidad al menos



de un 50% en peso del detergente activo en la pastilla.

Las pastillas de tocador de este invento pueden también incluir un contenido de ácidos alifáticos monocarboxílicos libres.

5 Los alqueno sulfonatos para uso en este invento pueden obtenerse por la bien conocida serie de reacciones a partir de la acción de SO_3 o agentes de sulfonación similares sobre alfa-olefinas. Los alqueno sulfonatos particularmente preferidos son aquellos que resultan de la reacción de alfa-olefinas de

10 longitudes de cadena de carbono C_{11-24} con un agente de sulfonación "fuerte", particularmente trióxido de azufre, en un gas inerte tal como aire y en el cual las corrientes de olefina líquida y el SO_3 /aire se ponen con contacto en un reactor que se halla dispuesto para asegurar un corto tiempo de contacto, por ejemplo menor de 10 minutos y con preferencia menor de 1 minuto y que dispone de medios para eliminar el calor de la reacción. Del mismo

15 modo, puede usarse un reactor que permita un mayor tiempo de reacción. Se obtiene un producto de reacción que mediante hidrólisis acídica seguida de neutralización o por hidrólisis alcalina produce sales de ácidos sulfónicos. Estos ácidos sulfónicos son

20 mezclas complejas de ácidos hidroxi-alceno-sulfónicos y ácidos alqueno-sulfónicos con una proporción de ácidos sulfónicos de poco peso equivalente que se denominan convenientemente "ácidos disulfónicos" sin que ello implique que sean por completo verdaderos

25 ácidos disulfónicos. Pueden contener además de verdaderos ácidos disulfónicos (emanantes en parte de una menor proporción de di-olefinas en la alimentación olefínica inicial) algunos ácidos monosulfónicos de cadena corta que tienen su origen como resultado de una escisión de la cadena olefínica.

30 El producto de reacción primaria contiene sulfonas



gama y delta que a base de hidrólisis alcalina producen sales de ácidos 3-hidroxi-alcano-1-sulfónicos y sales de ácidos 4-hidroxi-alcano-1-sulfónicos, respectivamente, así como mezclas de sales de ácido alqueno sulfónico. Generalmente menos de aproximadamente un 2% de sales de ácido 2-hidroxi-alqueno-1-sulfónico se hallan presentes en la mezcla. Las proporciones de alqueno sulfonato a hidroxi alcano sulfonato total son aproximadamente 2:1. Las sales de los ácidos disulfónicos pueden formar hasta un 25% del producto total, pero mediante una elección apropiada de la calidad del material de alimentación olefinico y de las condiciones de la reacción pueden constituir un porcentaje sensiblemente menor. Se prefieren los productos en los cuales el contenido de disulfonato se halla reducido a un valor lo más bajo posible. Así el término "alqueno sulfonatos" aquí utilizado se refiere a los productos de reacción total descritos anteriormente. Los alqueno sulfonatos preferidos son los que se obtienen a partir de mezclas de olefina alfa ricas en longitud de cadena C_{11-18} .

Los alqueno sulfonatos y los jabones usados en las pastillas de este invento pueden tener como catión, sodio, potasio, magnesio o calcio, o mezclas respectivas. Se ha comprobado que estas sales de calcio o magnesio mejoran el grado de desgaste de la pastilla.

Los alqueno sulfonatos pueden ser mezclas de varias longitudes de cadena de carbono; por ejemplo, los alqueno sulfonatos con C_{14-16} pueden usarse juntamente con alqueno sulfonatos de C_{15-18} . La necesaria mezcla de alqueno sulfonatos puede obtenerse por sulfonación de una mezcla de olefinas de la distribución de longitudes de cadena de carbono deseada, o mediante mezcla de productos de sulfonación de olefinas de longitudes de cadena simples. Se ha comprobado que las menores longitudes de cadena dan origen a pastillas de un mejor rendimiento de espuma, mientras las mayores longitudes de

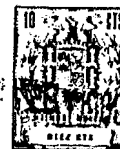


cadena producen mejores grados de desgaste.

El ingrediente jabonoso de las pastillas de tocador de este invento pueden ser jabones de metal alcalino o metal alcalino térreo (preferentemente sodio) de ácidos monocarboxílicos de la serie alifática, naturales o sintéticos, de 8 a 20 átomos de carbono; siendo de 0 a 100% de los mismos de 8 a 15 átomos de carbono y 0 a 100% de 16 a 20 átomos de carbono o una mezcla de jabones conocidos. El jabón puede comprender 50 a 100% de ácidos grasos superiores saturados. El jabón debe hallarse presente en una cantidad de 5% hasta, pero exclusive, 50% en peso de detergente activo en la pastilla.

Cuando las pastillas de tocador del presente invento son supergrasas, es decir, cuando incluyen ácidos libres monocarboxílicos de la serie alifática, es preferible que la cantidad de ácidos libres sea de 5 a 40% en peso de la pastilla, más preferentemente de 5 a 20%. Los ácidos usados pueden poseer convenientemente longitudes de cadena desde C_{8-20} , con preferencia C_{8-16} .

En una forma de realización de este invento, los alqueno sulfonatos se emplean con jabón de sebo. Estas pastillas muestran buena espuma de cremosidad equivalente a las de las pastillas de jabón corrientes, así como excelentes propiedades de supresión de espuma excedente. Una pastilla de jabón corriente puede caracterizarse por un jabón consistente esencialmente en un 80% de sebo y un 20% de aceite de nuez. Este jabón corriente produce un volumen de espuma a 20°C de 300 mls y una cremosidad a 20°C de 1,1 utilizando las pruebas descritas más adelante. Se ha comprobado actualmente que en las pastillas según esta forma de realización, o sea pastillas en las cuales el detergente activo está compuesto por jabón de sebo y alqueno sulfonato, la longitud de la cadena de carbono en la olefina posee un efecto significativo sobre el volumen



5 de espuma y grado de desgaste de la pastilla. Los volúmenes de espuma de las pastillas que poseen un detergente activo consistente en 60% de alqueno sulfonato y 40% de jabón de sebo sódico han sido determinados a 20°C y 40°C por las pruebas que se describen más adelante. Estas pruebas demostraron que la reducción en la longitud de cadena de carbono producía mayores volúmenes de espuma, a saber:

	<u>20°C</u>	<u>40°C</u>
10 C ₁₂₋₁₆	568	413
C ₁₄₋₁₈	285	225
C ₁₆₋₂₀	114	55

15 Cuando la longitud de cadena media se aproxima a 16 (según se muestra en los ejemplos 1 y 2), el rendimiento en volumen de espuma y cremosidad son mejores que, o equivalentes a, los del jabón típico, en tanto que la dispersión de espuma excedente es muy superior. Cuando la longitud media de cadena de carbono se aproxima a 13 (según se muestra en los ejemplos 3 y 4), se mejoran considerablemente los volúmenes de espuma, si bien los grados de desgaste son elevados desde un punto de vista de economía en el uso.

20 Se ha comprobado actualmente que si se elige cuidadosamente la longitud de cadena de tal modo que se extienda al menos sobre cinco y con preferencia siete unidades de carbono desde C₁₂ a C₁₈, siendo la longitud media de cadena entre 13,5 y 15,5, se obtiene entonces un volumen de espuma aproximadamente un 50% mayor que el

25 de la pastilla de tocador corriente, en tanto que el grado de desgaste es solo aproximadamente un 25% mayor. Los resultados registrados más adelante como Ejemplos 5-7 demuestran el rendimiento excepcionalmente bueno de las composiciones fabricadas a partir

30 de alqueno sulfonatos que satisfacen las exigencias expuestas de



extensión y longitud de cadena.

5 La pastilla preferida en esta forma de realización comprende 50-70% de alqueno sulfonato en peso de detergente activo en la pastilla, teniendo ésta las longitudes de cadena cuidadosamente seleccionadas descritas anteriormente. Si bien puede
10 mezclarse un alqueno sulfonato de la composición preferida a partir de los componentes, algunas olefinas que se expenden en el comercio proporcionan la mezcla preferida, por ejemplo un corte de C_{12-16} a partir de un proceso comercial Ziegler que posee una longitud de cadena de carbono media de 13,7 (ver ejemplo 5).

15 En otra forma de realización (véanse ejemplos 8-10), este sistema de jabón de sebo sódico-alqueno sulfonato puede modificarse mediante la introducción de un agente supergraso, por ejemplo ácido graso de sebo, o ácido graso de aceite de nuez. Al nivel de 10% de agente supergraso, en peso activo total, se logran pastillas de excelente espuma de cremosidad superior a la del jabón de
20 tocador convencional comparativo y de muy buenas propiedades de supresión de espuma excedente. Por otra parte, a niveles de alqueno sulfonato hasta 60% en peso de detergente activo, tal adición proporciona un aumento significativo en volumen de espuma a 20°C con respecto a la composición de pastilla supergrasa correspondiente.

Otras formas de realización del presente invento comprenden

25 (i) el reemplazamiento parcial del componente jabonoso de sebo por un jabón de aceite de nuez, por ejemplo jabón de aceite de semilla de palma (o predominantemente 12 y 14 radicales grasos de carbono) o un jabón de aceite de coco (predominantemente 12, 14 y 16 radicales grasos de carbono). Las pastillas en las cuales se reemplaza un 50% muestran una espuma satisfactoria a 20°C y excelentes propiedades de supresión de espuma excedente (véanse ejemplos
30 11 y 12).



(ii) Pastillas cuyo componente jabonoso es jabón de sebo/jabón de nuez supergraso por ejemplo por 10% de ácido graso de sebo o ácido graso de aceite de nuez, que muestran propiedades de volumen de espuma excepcionalmente buenas a 20°C en los límites de 50-70% de alqueno sulfonato (en peso del detergente activo en la pastilla) y propiedades de dispersión de espuma excedente excepcionalmente buenas (véanse ejemplos 13 y 14).

(iii) El uso del alqueno sulfonato con un jabón de aceite de nuez, con o sin agente supergraso, cuando las pastillas muestran excelente volumen de espuma, cremosidad y propiedades de supresión de espuma excedente (véanse ejemplos 15-17).

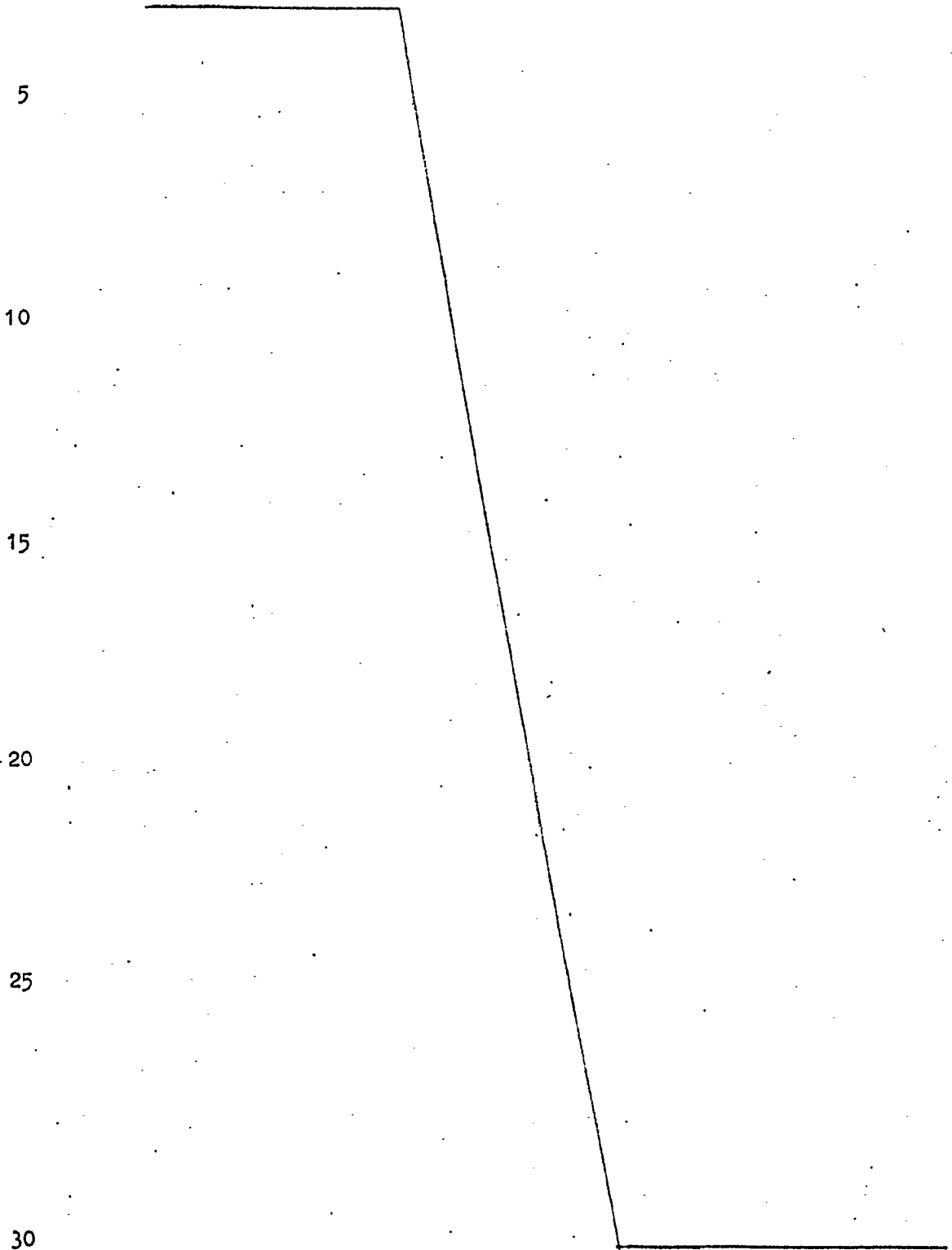
Los grados de desgaste relativamente altos en las pastillas que poseen un ingrediente de jabón de aceite de nuez pueden reducirse a límites aceptables mediante optimización de longitud de cadena del alqueno sulfonato.

A continuación se describe el invento a modo de ejemplos de composiciones (todas las partes en peso) de acuerdo con el invento, fabricadas en pastillas utilizando el equipo y métodos de elaboración corrientes. Estas pastillas incluyen, además de los detergentes activos especificados, agentes humectantes, preservativos, opacificadores, perfumadores y fluorescedores. A continuación se describen las pruebas a partir de las cuales fueron obtenidos los resultados.

La abreviatura a.d. significa detergente activo; este es el contenido de material activo de superficie en un componente o en la pastilla. En las pastillas de este invento, el material activo de superficie para fines de definición de a.d. (o detergente activo) consiste en alqueno sulfonato y jabón. La abreviatura TFM significa materia grasa total extractable de licor de jabón acuoso acidificado por éter dietílico. La cantidad de materia grasa



total usada en los ejemplos, es decir, 78% de TFM, es la del jabón de tocador comercial corriente.





1 Ejemplos 1-7 (Las columnas marcadas C se refieren a la comparación de un jabón consistente en 80 partes de jabón de sebo sódico y 20 partes de jabón de aceite de nuez sódica).

	1	2	3	4	5	6	7	8
5	Ejemplo No.							
	Alqueno \times sulfonato sódico (100% a.d.)	80	60	60	60	60	60	-
	Jabón de sebo 78% TFN)	40	40	40	40	40	40	-
	Volumen espuma 20°C (mls)	332	400	674	650	367	308	430
10	40°C (mls)	283	304	554	579	343	253	406
	Dispersión espuma excedente							
	20°C (%)	95	100	-	-	-	-	-
	Grado desgaste Panel 20°C	37,5	41,4	-	34,3	32,4	22,1	12,9
	40°C	40,5	48,9	-	44,4	40,5	25,6	15,9
15	Máquina	20°C	20,5	9,2	20,6	18,9	11,4	-
	35°C	19,6	22,8	14,6	24,9	22,4	18,0	-
	\times Extensión longitud cadena							
	carbono	15-18	15-18	-	80% C ₁₂	70% C ₁₂	12-16	15% C ₁₂
20					20% C ₁₆	30% C ₁₆		50% C ₁₄
								20% C ₁₆
								15% C ₁₈
								15% C ₁₈
	Longitud media cadena carbono	16,2	16,2	-	12,8	13,2	13,7	14,7
								15,0

Los valores de cremosidad de espuma a 20°C y 40°C son aproximadamente los mismos para todas estas composiciones.

NOTA: Las pruebas de pastillas fueron llevadas a cabo en grupos, teniendo cada grupo su propia comparación 80/20. De ahí que la tabla anterior posea cuatro comparaciones, relativa cada una de ellas a su propio grupo, o sea, al grupo a la izquierda de la comparación.

1 Ejemplos 1-7 (Las columnas marcadas C se refieren a la comparación de un jabón de sodio y 20 partes de jabón de aceite de nuez sódica).

5	<u>Ejemplo No.</u>	<u>1</u>	<u>2</u>	<u>C</u>	<u>3</u>	<u>4</u>
	Alqueno \times sulfonato sódico					
	(100% a.d.)	60	80	-	60	60
	Jabón de sebo 78% TFM)	40	20	-	40	40
	Volúmen espuma 20°C (mls)	332	400	308	674	650
10	40°C (mls)	283	304	275	554	579
	Dispersión espuma excedente					
	20°C (%)	95	100	0	-	-
	Grado desgaste Panel 20°C	37,5	41,4	-	34,3	32,4
	40°C	40,5	48,9	-	44,4	40,5
15	Máquina 20°C	15,8	20,5	9,2	20,6	18,9
	35°C	19,6	22,8	14,6	24,9	22,4
	\times Extensión longitud cadena					
	carbono	15-18	15-18	-	80% C ₁₂ 20% C ₁₆	70% C ₁₂ 30% C ₁₆
20	Longitud media cadena carbono	16,2	16,2	-	12,8	13,2

Los valores de cremosidad de espuma a 20°C y 40°C son aproximadamente los mismos

25

NOTA: Las pruebas de pastillas fueron llevadas a cabo en grupos, teniendo cada grupo la tabla anterior posea cuatro comparaciones, relativa cada una de ellas a la de la comparación.

30

7/1-100



C se refieren a la comparación de un jabón consistente en 80 partes de jabón de sebo (jabón de aceite de nuez sódica).

1	2	C	3	4	C	5	C	6	7	C
60	80	-	60	60	-	60	-	60	60	-
40	20	-	40	40	-	40	-	40	40	-
32	400	308	674	650	367	568	308	476	430	307
33	304	275	554	579	343	413	253	406	362	266
95	100	0	-	-	-	-	-	-	-	-
37,5	41,4	-	34,3	32,4	22,1	12,9	9,0	22,2	20,3	16,2
40,5	48,9	-	44,4	40,5	25,6	15,9	11,7	26,4	24,0	21,6
15,8	20,5	9,2	20,6	18,9	11,4	-	-	-	-	-
19,6	22,8	14,6	24,9	22,4	18,0	-	-	-	-	-
15-18	15-18	-	80% C ₁₂ 20% C ₁₆	70% C ₁₂ 30% C ₁₆		12-16		15% C ₁₂ 50% C ₁₄ 20% C ₁₆ 15% C ₁₈	65% C ₁₄ 20% C ₁₆ 15% C ₁₈	
16,2	16,2	-	12,8	13,2		13,7		14,7	15,0	

a 20°C y 40°C son aproximadamente los mismos para todas estas composiciones.

son llevadas a cabo en grupos, teniendo cada grupo su propia comparación 80/20. De ahí que -
o comparaciones, relativa cada una de ellas a su propio grupo, o sea, al grupo a la izquierda



Ejemplo No.	8	9	10	Comparativo
Alqueno (C ₁₅₋₁₈) sulfonato sódico (100% a.d)	50	60	80	-
Jabón sebo sódico (78% TFM)	50	40	20	-
Acido graso exento sebo	10	10	10	-
Volumen espuma 20°C (mls)	315	383	365	308
40°C (mls)	262	285	288	275
Creмосidad espuma 20°C	1,3	1,8	1,4	1,1
40°C	1,1	1,4	1,2	1,0
Dispersión espuma exc. 20°C (%)	-	90	100	0

(Los resultados mostrados en los ejemplos 8-10 son directamente comparables con los mostrados en los ejemplos 1 y 2. El jabón comparativo es también 80 sebo sódico: 20 aceite nuez sódico).

Ejemplos 11-12

El comparativo es un jabón de 50% jabón sódico de sebo y 50% jabón sódico de semilla de palma.

Ejemplo No.	11	12	Comparativo
Alqueno (C ₁₅₋₁₈) sulfonato sódico (100% a.d)	60	80	-
50% jabón sebo sódico/50% sodio jabón aceite semilla palma (78% TFM)	40	20	100
Volumen espuma 20°C (mls)	395	418	370
40°C (mls)	295	248	378
Creмосidad espuma 20°C	1,1	1,1	1,2
40°C	0,8	0,85	1,25
Dispersión espuma exc. 20°C (%)	100	100	0
Grado desgaste máquina 20°C	16,0	19,1	10,2
35°C	19,9	21,7	17,3

Ejemplos 13-14

A 100 partes de cada una de las composiciones de los



ejemplos 11 y 12 se añadieron 10 partes de una mezcla al 50/50 de ácido graso de sebo/ácido graso de semilla de palma. (El comparativo es el usado en los ejemplos 11 y 12).

	Ejemplo No.	13	14	Comparativo
5	Alqueno (C ₁₅₋₁₈) sulfonato sódico (100% a.d)	60	80	-
	50% jabón sebo sódico/50% jabón aceite semilla palma sódico	40	20	100
	50/50 ácido graso sebo/ácido graso semilla palma	10	10	-
10	Volumen espuma (mls) 20°C	532	398	370
	40°C	443	365	378
	Creemosidad espuma 20°C	2,45	1,65	1,2
	40°C	2,5	1,7	1,25
	Dispersión espuma exc. a 20°C (%)	100	100	0

15

Ejemplos 15-16

Se preparó la base, un jabón sódico de aceite de semilla de palma. Se incorporó al jabón el alqueno sulfonato sódico en las cantidades que se indican a continuación. El comparativo fue seleccionado a partir de consideraciones prácticas, esto es, como una pastilla típica de tocador comercial. Se apreciará que una pastilla de jabón toda de aceite de nueces carece de importancia comercial.

20

25

30

	Ejemplo No.	15	16	Comparativo 80/20 jabón sódico sebo/nuez
	Alqueno sulfonato sódico (100% a.d)	60	64	-
	Jabón aceite semilla palma sódico (78% TFM)	40	36	-
	Volumen espuma 20°C (mls)	341	438	332
	40°C (mls)	225	334	269
	Creemosidad espuma	1,5	1,2	1,1



El ejemplo 15 utilizó C_{16-20}

El ejemplo 16 utilizó una mezcla de 54 partes de C_{12} y 10 partes de C_{16-20}

Ejemplo 17

5 Se fabricó una pastilla supergrasa utilizando las bases jabonosas de los ejemplos 15 y 16, usando 28,8 partes de jabón sódico de semilla de palma, 68 partes de alqueno sulfonato (una mezcla de 48 partes de una fracción C_{12} y 20 partes de una porción C_{16-20}), y 3,2 partes de ácido graso libre de aceite de semilla de palma.

10 Los volúmenes de espuma a 20°C y 40°C fueron 478 y 463 respectivamente, y las cremosidades a 20°C y 40°C fueron 1,5 y 1,4 respectivamente.

15 En los ejemplos anteriores, los volúmenes de espuma, valores de cremosidad, grados de valores de desgaste y dispersiones de espuma excedente fueron determinados por las pruebas siguientes:

20 En la determinación de volumen de espuma las manos del operador se hallan cubiertas con finos guantes quirúrgicos. Se hace correr agua de una dureza de 24° (o sea 240 ppm como $CaCO_3$) a 20°C a una profundidad de 3 pulgadas en el interior de recipientes circulares de plástico claro de 10 pulgadas de diámetro en la base y 14 pulgadas de diámetro en la parte superior. Esto se aproxima a 1 galón imperial de agua (3,785 lt.). Se mojan las manos enguantadas y la pastilla metiéndolas en el agua y se da vueltas a la pastilla en las manos de manera corriente 15 veces. Se produce la espuma en las manos frotando éstas en todas direcciones en forma conocida 20 veces de cada forma (dos periodos alternativos de diez frotaciones cada uno) y se transfiere la espuma a una vasija calibrada. Se registra el volumen total recogido de las tres -
25 operaciones como volumen de espuma.

30 Pueden efectuarse réplicas con gran precisión por parte de un operador entrenado. Aún cuando la réplica entre operadores



5 sea pobre, cada operador coloca una serie de pastillas en el mismo orden y registra las mismas diferencias relativas que los otros operadores. Todos los resultados citados en cada grupo (o sea, pastilla(s) más el comparativo) de los ejemplos de esta memoria fueron obtenidos por un solo panel de operadores entrenados a fin de asegurar que en cada grupo los resultados sean directamente comparables. Esta prueba se lleva también a cabo a 40°C pero los datos obtenidos a partir de la misma son de menor importancia cuando se considera el rendimiento de la pastilla.

10 Las cifras de cremosidad de espuma fueron obtenidas mediante una prueba subjetiva. El término "cremosidad de espuma" es bien comprendido por los expertos en la materia pero es extremadamente difícil de definir. Expresa una impresión subjetiva intuitiva compuesta por la apreciación cualitativa de la forma (tamaño más común) de las burbujas, la "blancura" de la espuma y, particularmente, su "elasticidad" o "densidad" apreciada al tacto. La "cremosidad" de la espuma obtenida por la prueba anterior fue juzgada sobre una escala representada por las palabras: pobre, pobre-regular, regular, regular-buena, buena, muy buena, excelente, asociadas con la escala numérica: 0, 0,5, 1, 1,5, 2, 2,5, 3.

20 Las cifras de dispersión de espuma excedente fueron obtenidas por la siguiente prueba subjetiva. La pastilla en curso de prueba se mantiene en las manos y se moja en medio galón de agua dura de 24°H. A continuación se da vueltas en las manos al aire y de una forma reproducible común. Después se coloca la pastilla en un receptáculo apropiado mientras se enjuagan las manos en el agua. Se repite el procedimiento de frotación mencionado. De esta manera el agua se convierte en un líquido de lavado a medida que se añade el producto disuelto. A medida que aumenta la concentración correspondiente, las tendencias de formación de espuma exce-

25

30



5

dente llegan al máximo. Este máximo de tendencia de formación de espuma excedente se determina según se describe a continuación. Justamente por encima de la concentración de máxima formación de espuma excedente, el líquido, si se agita a mano, se hallará normalmente a una concentración suficientemente elevada para producir una espuma estable.

La determinación de la formación de espuma excedente es visual y de acuerdo con el esquema que se cita a continuación.

10

Determinación de espuma excedente en términos de porcentaje de dispersión

Observación

15

20

<u>Cantidad de espuma</u>	<u>Tamaño partícula</u>	<u>Anillo sobre lado recipiente</u>	<u>Escala de % disper. espuma</u>
Considerable	Grande-extremadamente coagulada	Presente	0-30%
Moderada a considerable	Bastante grande-coagulada	Presente	30-60%
Ligera a moderada	Bueno a bastante grande	Ligero o ausente	60-80%
Ligera	Bueno	Ausente	80-90%
Muy ligera	Muy bueno-bien dispersa	Ausente	90-99,9%
Ausente	Partículas ausentes	Ausente	100%

25

30

El grado de desgaste - prueba de lavado de manos - implica un panel de 6 probadores trabajando en rotación. Cada miembro del panel lava una pastilla en 24^oH de agua 6 veces al día durante 4 días. Cada lavado consiste en 40 torsiones, definiéndose una torsión como una rotación de la pastilla a través de 180^o en las manos. Normalmente se usan dos condiciones para la prueba; las pastillas son lavadas en agua (a) a 20^oC y (b) a 40^oC y se mantienen en recipientes escurridos entre un lavado y otro.



A continuación se secan al aire las pastillas a un peso constante (de ordinario durante 5 días) y los resultados en cuanto a grado de desgaste se facilitan como "pérdida de peso seco en gramos".

5 Se usan pastillas del mismo tamaño y forma, de otro modo es necesario ajustar las pérdidas de peso para pastillas de diferentes zonas superficiales.

10 En la prueba de máquina para determinar el grado de desgaste, se someten barras de material de ensayo a una abrasión mecánica controlada bajo condiciones fijas de tiempo, carga y humectación intermitente con agua de 24°H a una temperatura escogida y regulada. Las pérdidas de peso, tras la desecación, se relacionan sensiblemente con las producidas en el uso normal.

15 Aunque esta memoria se refiere a jabones procedentes de ácidos grasos naturales, se comprenderá que el invento se aplica igualmente a los jabones derivados de ácidos grasos sintéticos, y a los jabones que incorporan ácidos grasos sintéticos libres.

20 Entre otros ingredientes bien conocidos en la industria que pueden añadirse, se encuentran: emolientes y/o modificadores de espuma tales como parafinas alifáticas superiores, reo-
tas o ramificadas, alcoholes grasos, amidas grasas, fosfolípidos,
o alquil-ol-amidas alifáticas superiores-inferiores, gomas o mucilagos o sustancias poliméricas sintéticas para impartir "deslizamiento" o aglutinantes tales como almidón, éteres de almidón de
25 alquilo inferior, éteres de almidón de alcoxi inferior, éteres de almidón de alquil carboxi inferior, o éteres de almidón de alquil sulfonato inferior, éteres celulósicos de alquilo inferior, éteres celulósicos de alcoxi inferior, éteres celulósicos de alquil carboxi inferior, éteres celulósicos de alquil sulfonato inferior,
30 goma de algarroba, goma de garrofin, mucilago de olmo de variedad



1968

"slippery", o sulfato de condroitin, proteínas, polipéptidos, o poliacrilamidas, polímeros solubles en agua de muy elevado peso molecular y copolímeros de alcohol vinílico, ácido maleico, ácido acrílico, ácido itacónico, pirrolidona, o alcohol alílico, óxidos de polialquileno, particularmente óxidos de polietileno por ejemplo Carbowaxes (RTM), polioxes (RTM), portando una proporción de las unidades de monómero polimerizado un grupo ionizante carboxi, sulfato, sulfonato, fosfato o fosfonato, agentes colorantes, opacificadores, pigmentos, abrillantadores ópticos, bactericidas, fungicidas, preservativos, perfumes, agentes sequestrantes, glucosa, o glicerina. Hablando en términos generales, los opacificadores, pigmentos, sequestrantes, anti-oxidantes, abrillantadores ópticos y perfumes no se hallarán presentes en cantidad total superior a un 5% en peso de la pastilla.

Las pastillas pueden contener componentes germicidas en las cantidades habituales, por ejemplo hasta un 10%, de ordinario hasta 5% aproximadamente. Los germicidas apropiados son carbánilidas halogenadas, salicilanilida halogenada, y bifenoles halogenados.

La pastilla de tocador a base de jabón/alqueno sulfonato del invento presenta otras ventajas que las mencionadas anteriormente. Posee las propiedades deseables de una buena pastilla de tocador, tales como suavidad al tacto, economía en el uso, escasa tendencia a formar "líquido espeso", exención de agrietamiento y estabilidad de color y perfume durante la vida de la pastilla en uso, buen olor, fácil elaboración y buen aspecto (brillo y dureza).

Si bien el presente invento se refiere a composiciones en forma de pastillas para aseo personal, y dado que estas pastillas poseen un alto rendimiento demostrable, se comprenderá



que el elemento activo empleado, a saber, alqueno sulfonato y jabón, puede utilizarse en otras formas. Estas incluyen productos líquidos que posean un contenido de agua considerablemente mayor que la pastilla de tocador corriente, así como barras formadas para uso en lavanderías.

5

En resumen, la Patente de Invención que se solicita deberá recaer sobre las siguientes:

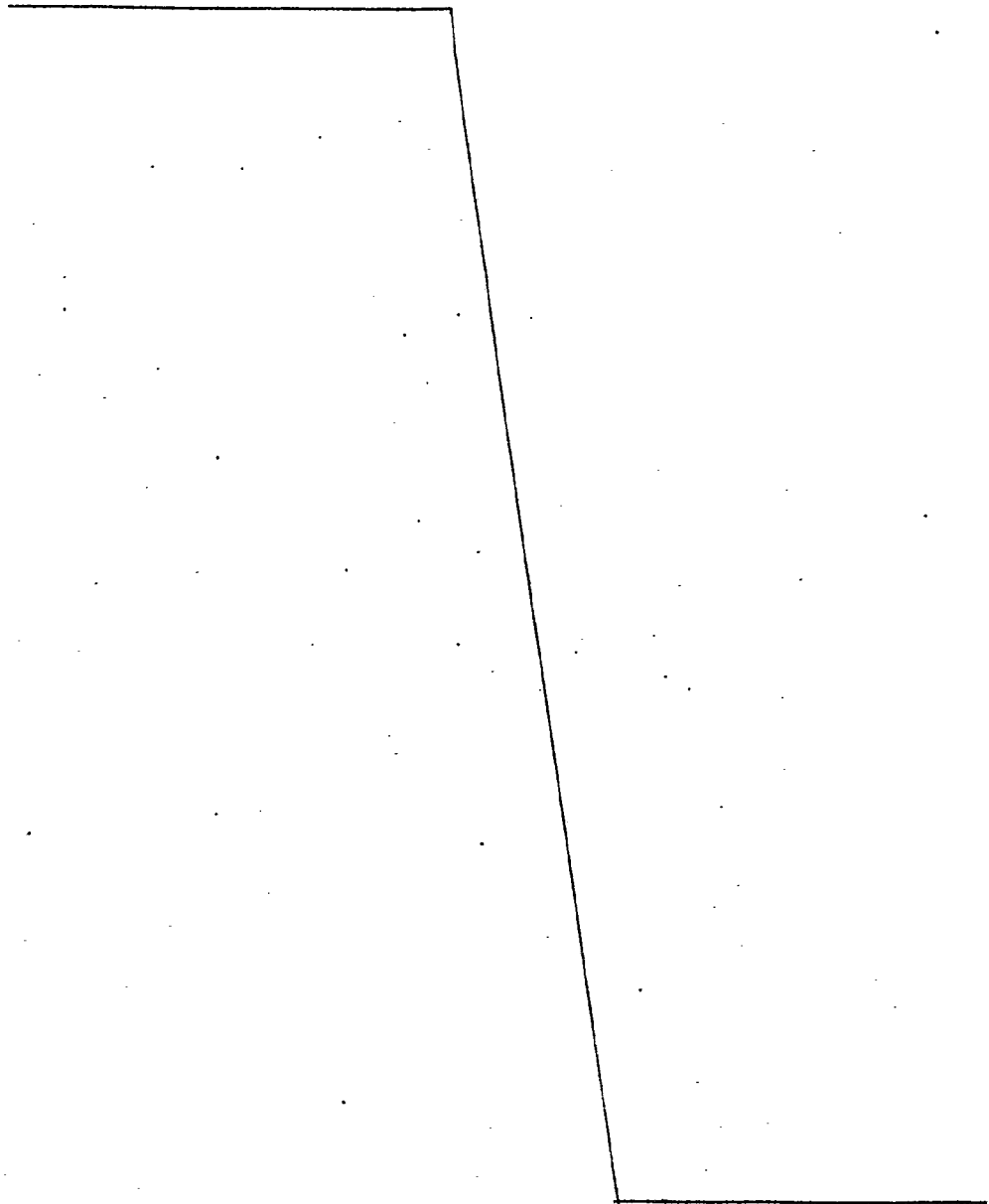
10

15

20

25

30



Nº. 350.381.



REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la preparación de pastillas de tocador sintéticas a base de detergente-jabón, caracterizado porque se mezclan juntos un alqueno sulfonato y un jabón en proporciones tales que el sulfonato esté presente en una cantidad de por lo menos un 50 % en peso de sulfonato más el jabón, se ajusta el contenido de humectación de la mezcla al requerido en la pastilla de tocador y luego la mezcla se muele, se bate y conforma en barras.
2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque el sulfonato y el jabón se secan cada uno separadamente, los materiales secos se mezclan juntos en dichas proporciones y se añade agua para ajustar el contenido de humedad antes de la molidura, del batido y de la conformación.
3. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque el sulfonato en forma de pasta acuosa se mezcla con el jabón en estado húmedo y la mezcla se seca para ajustar el contenido de humedad antes de la molidura, del batido y de la conformación.
4. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que el alqueno sulfonato se deriva de alfaolefinas de longitud de cadena de carbono que se extiende en los límites de C₁₁-C₁₈.
5. Procedimiento según las reivindicaciones 1 o 2, caracterizado por el hecho de que el alqueno sulfonato posee, como catión, bien un metal alcalino preferentemente sodio o un metal alcalino térreo preferentemente magnesio o calcio.
6. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por el hecho de que el jabón se deriva de ácido graso de sebo.
7. Procedimiento según la reivindicación 5, caracterizado por el hecho de que el alqueno sulfonato posee una cadena de carbono que se extiende sobre al menos 5 unidades de carbono desde C₁₂ hacia arriba, y poseer un largo de cadena medio que se extiende entre 13,5 y 15,5.



8. Procedimiento según las reivindicaciones 6 o 7, caracterizado por el hecho de que el alqueno sulfonato se halla presente en una cantidad de un 50 a un 70% en peso del detergente activo en la pastilla.

5 9. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por el hecho de que el jabón es una mezcla de un jabón derivado de ácido graso de sebo y un jabón derivado de ácido graso de semilla de palma, con preferencia consistente en partes en peso respectivas iguales.

10 10. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por el hecho de que el jabón se deriva de ácido graso de semilla de palma.

15 11. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por el hecho de que se incluye adicionalmente un ácido alifático monocarbocílico libre de longitud de cadena de carbono de 8-20, que posee con preferencia el mismo radical alifático que el ingrediente jabonoso y con preferencia presente en una cantidad de 5 a 40% en peso de la pastilla.

20 12. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita: "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE PASTILLAS DE TOCADOR SINTETICAS A BASE DE DETERGENTE - JABON".

Todo tal y como queda descrito y reivindicado en la presente Memoria descriptiva que consta de veintiuna páginas mecanografiadas.

Madrid, 10 de febrero de 1968.

BERNARDO UNERIA
P.P.

25

30