



No. 350.533

M E M O R I A D E S C R I P T I V A

correspondiente a la solicitud de una

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

Solicitante: UNILEVER N. V.

Residencia: Museumpark 1, ROTTERDAM, Holanda.

Enunciado: "MEJORAS INTRODUCIDAS EN UN PROCEDIMIENTO
EN EL QUE SE REDUCE UN DETERGENTE QUE COM-
PRENDE SULFONATO DE RESINA A ESCAMAS".

Prioridad: de la solicitud de patente británica No.
7712/67 del 17 de febrero de 1967.

TP.

**POOR
QUALITY**



Esta invención se refiere a escamas de detergente no jabonoso.

Las escamas pueden variar en tamaño pero para que su uso sea satisfactorio han de ser de un grueso inferior a 0,2 mm y, de preferencia, de un grueso inferior a 0,1 mm. Deben ser estas escamas translúcidas y no quebradizas.

Las escamas de jabón son bien conocidas y su fabricación resulta razonablemente fácil, pero las escamas de detergente no jabonoso son difíciles de hacer. Incluso cuando pueda laminarse un detergente no jabonoso hasta un grado suficientemente delgado, las escamas obtenidas tenderán a ser opacas y quebradizas y presentarán propiedades de formación de espuma no satisfactorias. Los problemas en cuestión se hacen particularmente acusados si el detergente no jabonoso es de tipo estructurado, esto es, si contiene una sal de estructuración, tal como el tripolifosfato sódico.

Se ha descubierto ahora que puede obtenerse un producto en escamas, detergente y no jabonoso, con propiedades satisfactorias y mejoradas, si el detergente no jabonoso es sulfonato de olefina y contiene entre 5 y 11 por ciento en peso de agua.

Se ha comprobado asimismo que las escamas ofrecen propiedades de producción de espuma particularmente buenas si el detergente no jabonoso es un sulfonato de alfa-olefina C_{14} a C_{16} .

La invención aporta, por consiguiente, unas escamas de detergente no jabonoso en las que el detergente no jabonoso comprende sulfonato de olefina, caracterizándose por el hecho de que el sulfonato de olefina es un sulfonato de alfa-olefina C_{14} a C_{16} , conteniendo las escamas entre un 5 y un 11 por ciento en peso de agua.

Quede bien entendido que estas escamas de detergente no jabonoso pueden contener otros detergentes no jabonosos. La can-

15 FEB.



tividad de otros detergentes no jabonosos presentes en ellas será, de preferencia, menor, esto es, inferior a un 25 por ciento. Mejor aún será que la cantidad de otros detergentes no jabonosos presentes en las escamas sea de menos de un 5 por ciento.

5 Un aspecto de la invención es una escama contentiva de hasta un 25 por ciento en peso de jabón.

La escama de detergente no jabonoso puede ser de tipo estructurado o no estructurado. Si es del primer tipo, se preferirán las sales estructuradoras orgánicas, tales como el nitriloacetato trisódico (NTA) y el etilendiaminotetraacetato, si bien pueden emplearse compuestos tales como el tripolifosfato sódico.

10 Pueden incluirse en estas escamas los componentes adicionales que comunmente intervienen en los detergentes. Por ejemplo, se pueden incluir elevadores de espuma, fluorósceros, pigmentos, perfumes, perborato sódico, carboximetilcelulosa sódica y sales inorgánicas.

15 El porcentaje de la escama que no es sulfonato de alfa-olefina deberá ser menor de un 25 por ciento y, de preferencia, inferior a un 15 por ciento.

20 Es de hacer observar que sólo pueden incluirse cantidades pequeñas, inferiores a un 2 por ciento, de líquidos o componentes aceitosos.

Por lo que se refiere a los componentes sólidos, se ha comprobado en general que, cuanto más orgánico y menos cristalino es un componente, mas aceptable es en las escamas y mayor la proporción del mismo que las escamas pueden contener. Así pues, la escama puede contener hasta un 25 por ciento de componentes orgánicos, relativamente no cristalinos, pero no más de un 15 por ciento de componentes inorgánicos y cristalinos.

30 Un aspecto particular del invento es una escama conten-



tiva de un 15 por ciento en peso de nitrilotriacetato trisódico.

Se ha comprobado que las escamas según este invento poseen relevantes propiedades físicas y unas excelentes propiedades de espumación y de detergencia. Se ha hallado también que cuando se emplea jabón en un baño o pila en el que se hayan utilizado escamas conforme al invento, se reduce la formación de espuma excedente.

Las escamas resultan además sorprendentemente suaves.

El término "sulfonato de alfa-olefina" se entiende aquí con la significación de la mezcla obtenida cuando se hidrolizan los productos procedentes de la sulfonación de las alfa-olefinas y se neutralizan completamente o casi completamente.

Un agente sulfonador preferido es el trióxido de azufre/aire, pero pueden igualmente utilizarse otros agentes sulfonadores.

De preferencia, la olefina utilizada será una olefina de cadena recta.

Los sulfonatos de alfa-olefina son mezclas de diversos compuestos, figurando entre ellos varios hidroxialcano-sulfonatos, así como disulfonatos, y una proporción mayor de alfa-alqueno-sulfonato.

La proporción de 2-hidroxialcano-sulfonato en el producto ha de mantenerse lo más baja posible, de preferencia por debajo de un 5 por ciento en peso.

En contraste, suele ser preferible mantener la proporción de 3-hidroxialcano lo más alta posible, de preferencia por encima del 20 por ciento o incluso mejor por encima del 30 por ciento.

Aunque en general los productos derivarán, según queda explicado, de las alfa-olefinas, debe quedar entendido que, cuando se dejan permanecer las alfa-olefinas en presencia de productos



5 acídicos, como sucede en los procesos de sulfonación por tandas, tiene lugar cierta isomerización y se formarán olefinas en las que el doble enlace no será terminal. Se hace aquí observar que quedan dentro del campo del invento los productos que contienen proporcio-
nes menores de sulfonatos de olefina, derivados de olefinas de do-
ble enlace no terminal.

10 Existen muchas fuentes de origen y métodos de preparación de las alfa-olefinas. Por ejemplo, las alfa-olefinas pueden aislarse a partir de un destilado de parafina objeto de una destilación destructiva o "cracking", o sintetizarse por polimerización de un hidrocarburo, por ejemplo etileno, utilizando un catalizador Ziegler o similar, o por deshidratación de alcoholes primarios for-
mados, por ejemplo, mediante la hidrogenación de ésteres de ácidos grasos naturales como los aceites y grasas animales y vegetales.

15 Puede sulfonarse la olefina de muchas maneras diferentes, como por ejemplo en reactores de tanques con agitación o en reactores de película descendente.

EJEMPLO I

20 Se tomaron tandas de 100 g de sulfonato de alfa-olefina (C_{15-18}) y se mezclaron con diferentes pesos de agua, laminándose después en escamas rombales en una laminadora de escamas con cilindros de 20 cm. de largo y 7,5 cm. de diámetro. Se hicieron observaciones respecto a la facilidad relativa con la que podía reducirse la mezcla a escamas y sobre las características físicas
25 (tenacidad, aspecto) de las escamas.

Los resultados se reflejan en la Tabla I siguiente:

30



TABLA I

	<u>Contenido en humedad de las escamas laminadas</u>	<u>Características de las escamas; otros comentarios</u>
	2,8	Mezcla demasiado seca para escamación
5	4,3	id.
	7,8	Constitución de escamas aceptables
	8,7	Primeras escamas buenas de la serie
	8,8	Buenas escamas
	8,5	Muy buenas escamas
10	9,1	id.
	11,0	Siguen siendo escamas buenas
	11,1	Escamas buenas pero algo viscosas
	11,9	Escamas húmedas y viscosas.
	13,0	Escamas muy húmedas
15	15,0	id.

EJEMPLO II

Se tomaron partes de 100 g de mezclas de sulfonato de alfa-olefina (C₁₅₋₁₈) y NTA y se humedecieron con varias cantidades de agua, convirtiéndose en escamas en una unidad de laminación de tres cilindros de 20 cms de largo y 7,5 cms. de diámetro. Las partes se dan en peso..

Se hicieron pruebas con dos mezclas diferentes.

- (I) 90 partes de sulfonato de alfa-olefina, 10 partes de NTA
- (II) 85 partes de sulfonato de alfa-olefina, 15 partes de NTA.

Se dan los resultados en las tablas II y III.



TABLA II

sulfonato de alfa-olefina (90 partes)

con NTA (10 partes)

	<u>% humedad contenida</u>	<u>Descripción de las</u>
	<u>en escamas laminadas</u>	<u>escamas</u>
	<u>según análisis</u>	
5	3,0	Mezcla demasiado seca p ^a laminar
	3,5	Escamas muy secas
	4,1	" " "
10	4,4	Escama pobre - demasiado seca
	6,6	Escamas buenas
	6,8	Muy buenas escamas
	8,8	Muy buenas escamas
	9,4	Escamas algo viscosas
15	10,7	Escamas aceptables pero húmedas
	12,9	Escamas húmedas y viscosas
	14,8	Escama pobre

TABLA III

sulfonato de alfa-olefina (85 partes)

con NTA (15 partes)

	<u>% humedad contenida</u>	<u>Descripción de las</u>
	<u>en escamas laminadas</u>	<u>escamas</u>
	<u>según análisis</u>	
20	-	No hay escamas
25	-	No hay escamas
	4,4	Escamas secas
	4,9	Escamas algo secas
	5,4	Escamas buenas; ligeramente secas
	6,6	Muy buenas escamas
30	6,7	Muy buenas escamas

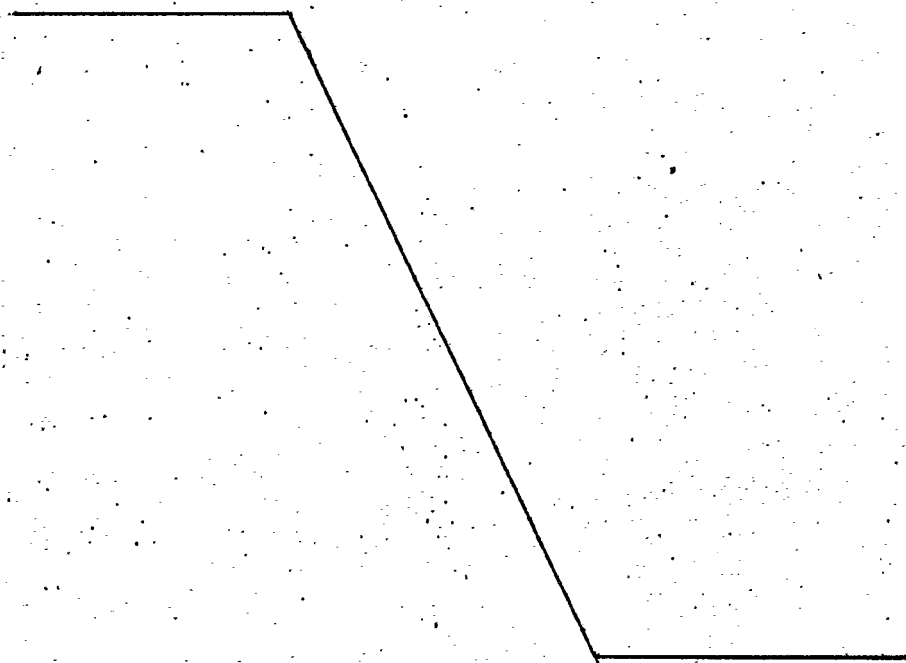
**POOR
QUALITY**



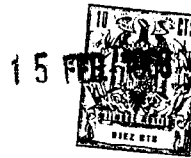
	<u>% humedad contenida</u> <u>en escamas laminadas</u> <u>según análisis</u>	<u>Descripción de las</u> <u>escamas</u>
	7,2	Escama perfecta
5	7,6	Muy buenas escamas
	9,1	" " "
	9,4	" " "
	10,2	" " "
	11,0	" " "
10	11,6	Escamas ligeramente húmedas
	12,1	Escamas muy húmedas
	12,8	Escama pobre, demasiado húmeda y viscosa.

EJEMPLO III

15 Se prepararon escamas detergentes, cuando fue posible, a partir de las composiciones de la Tabla IV. Se dan los porcentajes en peso.



		<u>TABLA IV</u>										
		<u>1</u>	<u>2</u>	<u>3</u>	<u>4</u>	<u>5</u>	<u>6</u>	<u>7</u>	<u>8</u>	<u>9</u>	<u>10</u>	<u>11</u>
1	Sulfonato de α -olefina (C ₁₅ -C ₁₈)	82	82	92	82	82	70	60				
	Sulfato de alcohol de sebo						10				15	
5	Sulfonato de dodecibenceno sódico									30	30	15 15
	Alcano-sulfonato C ₁₅ -C ₂₀											
	Igepón A de nuez de coco											
	50/50 Sebo/Acido α -sulfograso de coco											15
	Sulfato sódico									35	35	35 35
10	Tripolifosfato sódico					10				15	20	20 23
	Nitrilotriacetato sódico					10		25				
	Etanolamida de nuez de coco									5		
	Amida de nuez de coco											5
	Acidos grasos de nuez de coco											
15	Acido esteárico											
	Tolueno-sulfonato sódico										4	4 2
	Carbonato sódico						10					
	Bicarbonato sódico											
	Cloruro sódico										5	
20	Perborato sódico											
	Metasilicato sódico					10						
	Jabón anhidro										2	
	Carboximetilcelulosa sódica									1	1	1 1 1
	Silicato anhidro						10					4
25	Fluorésceres, Perfume, Agua	8	8	8	8	8	10	7	14	5	5	5



5 En general, en este experimento, para producir las escamas, se mezclaron en primer lugar, perfectamente, las materias primas en seco, y se roció después la mezcla con la cantidad necesaria de agua. Se laminó después la masa húmeda para homogeneizarla y finalmente se convirtió en escamas en un equipo ordinario de escamación tal como el que se emplea para la fabricación de escamas o copos de jabón. Pueden incorporarse sin dificultad fluorósceros, pigmentos y perfumos durante la fase de mezcla.

10 Las escamas obtenidas de las composiciones 1 a 7 estén bien formadas, son relativamente no quebradizas y presentan un grado satisfactorio de brillo superficial. Pueden laminarse estas composiciones en unos gruesos de hasta 0,005 a 0,0075 cms.

15 Las escamas formadas a partir de las composiciones 8 a 19 sólo pueden laminarse en un grueso de hasta 0,0125 a 0,015 cms. y son quebradizas y tienen un aspecto y un lustre pobres.

20 Aun cuando las composiciones 20 y 21, que contienen nitrilotriacetato sódico en lugar de tripolifosfato sódico, pueden laminarse hasta un grueso de 0,005 a 0,0075 cms., las escamas obtenidas son también quebradizas y presentan un aspecto y un lustre pobres.

25 La adición de etanolamida de nuez de coco, composiciones 12 a 15, o amida de nuez de coco, composición 10, incluso a un nivel del 5 %, tuvo un efecto muy pequeño.

EJEMPLO IV

Se compararon las escamas preparadas a partir de las composiciones 1 a 16, 20 y 21, dadas en la Tabla IV, por lo que respecta a "grado de solución", con una escama de jabón y un polvo detergente no jabonoso.

30 La escama de jabón tenía la siguiente fórmula:



	<u>% en peso</u>
(1) Jabón sódico anhidro	97
Humedad, fluorósceros y preservativo	<u>3</u>
	100 =====
5 (1) Basado sobre una carga grasa de un 25 % de aceites de nuez, 50 % de aceites suaves y un 25 % de sebo.	

El polvo detergente no jabonoso tenía la siguiente fórmula:

	<u>% en peso</u>
10 Sulfonato de arilalquilo sódico, activo	30
Tripolifosfato sódico	20
Sulfato sódico	35
Cloruro sódico	4
S.C.M.C.	1
15 Humedad y fluorósceros, etc.	<u>10</u>
	100 =====

Se añadió suficiente producto para dar una concentración del 0,3 %, a agua de 0^oH, a 30^oC. y 40^oC. y se removió el licor a mano. Los resultados aparecen en la Tabla II.

20

TABLA II

- Clave :
- 4 = la mayor parte no disuelta
 - 3 = no disuelta una cantidad considerable
 - 2 = no disuelta una cantidad moderada
 - 1 = no disuelta una ligera cantidad
 - 25 1/2 = indicios de falta de disolución
 - 0 = disolución total

30



	Composioión	A 30°C.			A 40°C.		
		después de remover			después de remover		
		Una vez	2 veces	6 veces	Una vez	2 veces	6 veces
5	1	1/2	0	-	1/2	0	-
	2	1/2	0	-	1/2	0	-
	3	1	0	-	1/2	0	-
	4	1	0	-	1/2	0	-
	5	1/2	0	-	1/2	0	-
	6	1/2 - 1	1/2	0	1/2	0	-
10	7	1	0	0	1/2	0	-
	8	4	4	4	4	4	4
	9	4	4	2	4	4	3
	10	4	3 - 4	1 - 2	4	2 - 3	1 - 2
	11	4	2	1/2 - 1	3 - 4	2	1
15	12	4	4	3	3	3	2
	13	4	4	3 - 4	3 - 4	3	1 - 2
	14	3	2	1/2	2	1	1
	15	0	-	-	0	-	-
	16	3	1	1	1	1/2	0
20	20	3	1	1	1/2-1	0	-
	21	3	1	1	0	-	-
	Escama de						
	jabón	2	1 - 2	0	1/2	1/2	0
	Polvo NSD	2	1	0	1	1/2	0

25

EJEMPLO V

Se compararon las escamas de las composiciones 1 a 16 , 20 y 21, que aparecen en la Tabla I con las escamas de jabón y el polvo detergente no jabonoso del Ejemplo II en cuanto a estabilidad de espuma durante el lavado de ropas en pilas.

30

Se lavaron cuatro artículos ensuciados de un modo nor-



mal, lavado que se efectuó a mano, en cantidades de 1 galón (4,546 lt) de agua de 4°H y 24°H, a 40°C, a una concentración del 0,22 %. Las producciones totales medias de espuma obtenidas aparecen en la Tabla III. Estas cifras medias totales de espuma se fijaron como sigue:

Se sumaron las alturas de espuma, en 1/4 de pulgada (6,35 mm), después de lavar los cuatro artículos uno tras otro en la misma solución.

TABLA VI

	<u>Composición</u>	<u>Cifra media del total de espuma</u>	
		<u>En agua de 4°H</u>	<u>En agua de 24°H</u>
	1	44	46
	2	40	37
	3	54	49
15	4	58	48
	5	49	51
	6	41	37
	7	52	25
	8	42½	29
20	9	45½	36½
	10	44	9
	11	25	20
	12	38	1½
	13	39	2
25	14	42	22
	15	56½	35
	16	49	24½
	20	44	16½
	21	44	29
30	Escamas de jabón	56	10



<u>Composición</u>	<u>Cifra media del total de espuma</u>	
	<u>En agua de 4°H</u>	<u>En agua de 24°H</u>
Polvo NSD	42	40

EJEMPLO VI

5 Se compararon las composiciones 1 a 16, 20 y 21, de la
 Tabla I, con el detergente no jabonoso y escamas de jabón que
 se citan en el Ejemplo II en cuanto a producción de espuma y a
 10 deterción en una máquina lavadora, de paletas. Se lavaron durante
 10 minutos cargas de siete libras (3,171 kg) de artículos ensu-
 ciados normalmente, con inclusión de ropas standard de prueba, en
 agua de 24°H, a 40°C y a una concentración de 0,4 %. Se fijaron las
 cifras medias de producción de espuma de la manera siguiente:

Se obtuvo una apreciación visual de la espuma generada
 en una máquina de palas de vaivén después de tiempos de:

- 15 30 segundos
- 1 minuto
- 1½ minuto
- 2 minutos
- 4 minutos
- 20 6 minutos
- 8 minutos
- 10 minutos

Se dio a la espuma una referencia numérica según su grado:

- 1 = ligera = 1/4 a 1/2" (6,35 a 12,70 mm) de espuma
 25 sobre aproximadamente la mitad de la superficie de
 la ropa cubierta por la misma.
- .2 = moderada = ½ a 1" (12,70 a 25,40 mm) de espuma sobre
 la mayor parte de la ropa cubierta por la misma.
- 3 = buena = 1 a 1½" (25,40 a 38,10 mm) de espuma sobre
 30 la mayor parte de la ropa cubierta por la misma.



4 = muy buena = por lo menos 2" (50,80 mm) de espuma
 sobre la totalidad de la ropa cubierta por la misma.
 Se suman las cifras de referencia para dar la cifra total de espuma.
 Las cifras significan los resultados medios de por lo menos tres
 pruebas.

TABLA VII

Eficacia media de detarrancia

	Composición	Cifra media de espuma	Impresas (1)	Empapadas (2)	AS8 (3)
10	1	27½	79,8	22,4	46,4
	2	30	73,3	24,6	40,0
	3	27½	80,6	21,3	42,5
	4	25	74,8	24,5	42,5
15	5	27½	77,0	26,1	44,4
	6	27½	78,7	24,3	43,2
	7	25½	61	33	-
	8	25	69	18	-
20	9	25	69	18	-
	10	23½	71	21	-
	11	23½	71	20	-
	12	12½	52	17	-
	13	10	49	19	-
	14	17	56	19	-
25	15	27	59	19	-
	16	19½	58	29	-
	20	19	54	28	-
	21	19	67	33	-
30	Escamas de jabón	26½	70	37,5	50,4
	Polvo NSD	28	66	23	39,9



- (1) Ropas impresas, ensuciadas por un procedimiento de impresión.
- (2) Ropas empapadas, ensuciadas por impregnación de las mismas con una mezcla de polvo de aspiradora y de sebo sintético en una máquina lavadora de palas en vaivén.
- (3) Estas prendas fueron ensuciadas por un procedimiento alterno, utilizando una suciedad consistente en carbón coloidal, sílice, óxidos de hierro y aceites vegetales.

La eficacia media de detergencia % quedará definida como sigue.

Se efectúa la lectura correspondiente a una prenda nueva de algodón blanco, en un reflectómetro. Llamaremos a dicha lectura R.

Llamaremos R₁ a una lectura efectuada con una prenda ensuciada similar, antes de su lavado, y R₂ a la misma lectura hecha después del lavado. Tendremos así que

$$\frac{R_2 - R_1}{R_1 - R_2} \times 100$$

es decir:

$$\frac{\text{luminosidad de ropa lavada} - \text{luminosidad de ropa sucia}}{\text{luminosidad de ropa nueva} - \text{luminosidad de ropa sucia}} \times 100$$

EJEMPLO VII

Se prepararon escamas a partir de sulfonatos de alfa-olefina C₁₂, C₁₄, C₁₆, C₁₈ y C₂₀, conforme al Ejemplo I y contentivos de un 8 por ciento de agua.

Se efectuaron pruebas de lavado sencillo a concentraciones de 0,1 y 0,3, tanto en agua de 4° como de 24°H, a 40°C, con las escamas de jabón del Ejemplo IV, como referencia comparativa. Las cifras de espumación que se dan en la tabla siguiente son las cifras medias correspondientes a seis experimentos distintos.

5

10

15

20

25

30

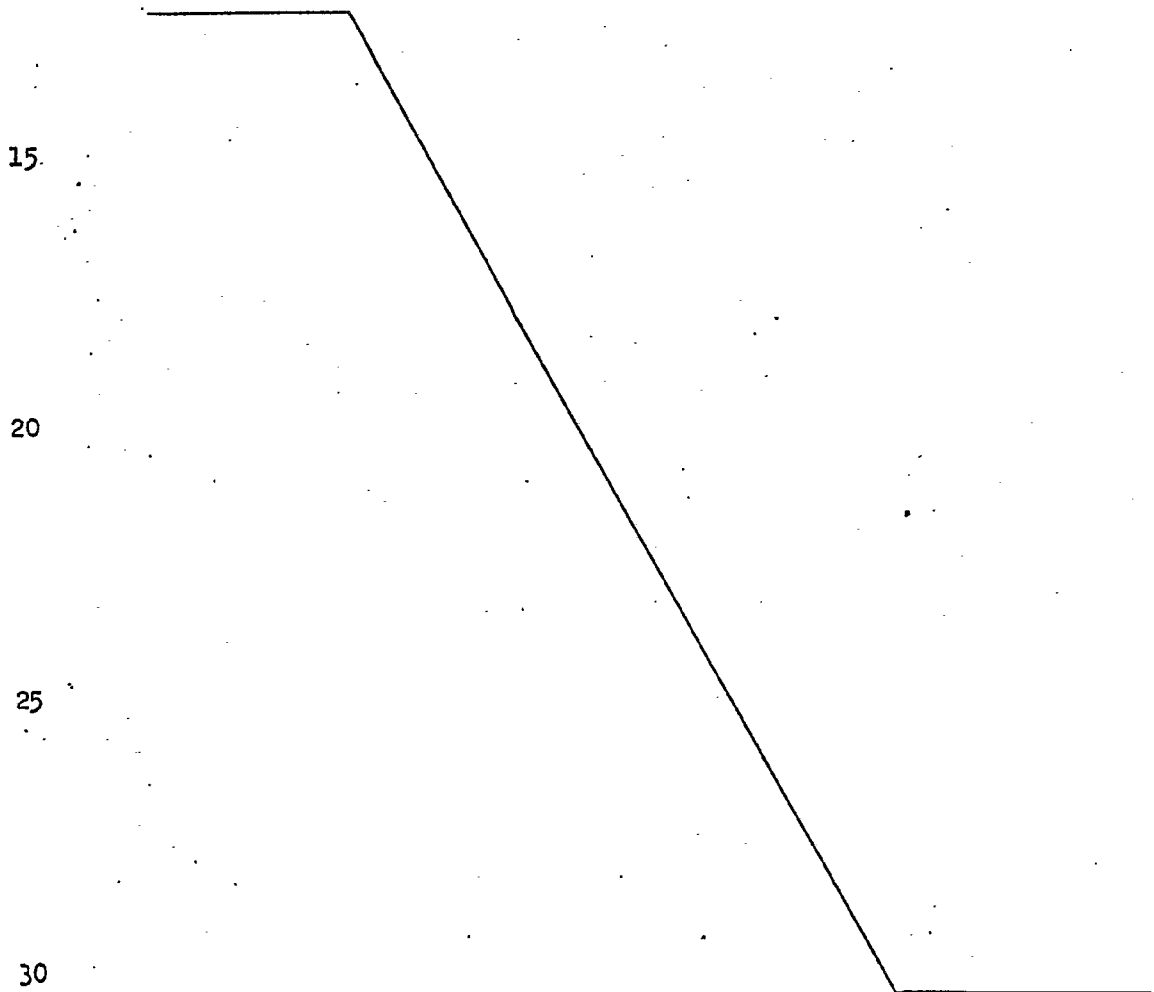


TABLA VIII

Cifras de espumación

	Base jabón	(C) 20	(C) 10	(C) 16	(C) 14	(C) 12	
<u>Agua 4°H</u>							
5	0,1 %	28	7	39	50	45	2
	0,3 %	68	23	68	60	65	55
<u>Agua 24°H</u>							
	0,1 %	Nil	2	19	46	52	13
	0,3 %	50	6	28	65	62	31

10 En resumen, la Patente de Invención que se solicitá deberá recaer sobre las siguientes





1 ABR 1968

REIVINDICACIONES

5 1. Mejoras introducidas en un procedimiento en el que se reduce un detergente que comprende sulfonato de olefina a escamas, caracterizadas dichas mejoras por el hecho de que se lamina el sulfonato de olefina C₁₄ a C₁₆ y agua para formar escamas de un grueso inferior a 0,2 mm. con un contenido en peso de un 5 a un 11 por ciento de agua.

2. Mejoras según la reivindicación 1, caracterizadas por el hecho de que la mezcla también contiene nitrolotriacetato trisódico.

10 3. Se reivindica por último, como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita: "MEJORAS INTRODUCIDAS EN UN PROCEDIMIENTO EN EL QUE SE REDUCE UN DETERGENTE QUE COMPRENDE SULFONATO DE RESINA, A ESCAMAS".

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

15 Madrid, 15 de febrero de 1968.

BERNARDO UNGRIA
P.P.

20

25

30