

356028

P - 38.905

U.S. Serial Nº 654.423

Memoria descriptiva

27 AGO. 1968



para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de COLGATE-PALMOLIVE COMPANY

entidad / ~~de nacionalidad~~ norteamericana

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

por: "UN PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION CONTINUA DE UN PRODUCTO EN PARTICULAS" (Clase Internacional B01d C11d)

19.8.68

21



Esta invención se refiere a un procedimiento continuo para la producción de un producto en partículas y, mas particularmente, a un procedimiento continuo para la producción de un producto en partículas secado por pulverización y al equipo para ello.

La producción de productos en partículas tales como composiciones detergentes conteniendo cuentas o partículas similares secando por pulverización líquidos desde boquillas colocadas en un distribuidor anular colocado en la porción superior de una torre de pulverización o rociado es bien conocida. Los líquidos son pulverizados o rociados en forma de una pluralidad de gotas las cuales son secadas a la forma de partículas sólidas por la acción de un gas secante que pasa a través de la torre de rociado. Se pueden usar dos sistemas para el secado, ya sea el sistema de corrientes concurrentes o del mismo sentido en el cual el gas secador pasa en la misma dirección o en dirección concurrente a la dirección del rociado o el sistema de contracorriente en el cual el gas secador pasa en una dirección opuesta o en contracorriente con la dirección del rociado. Cada sistema tiene sus propias ventajas, y particularmente en la producción de detergentes secados por rociado, el sistema de contracorriente se ha encontrado que es mas ventajoso que el sistema de corrientes del mismo sentido en el que se producen menos finos, hay mayor economía de calor, y el producto es mas granuloso y menos desmenuzable.

Cuando se desea preparar productos en partículas tales como los detergentes multi-coloreados, deben tenerse en cuenta consideraciones adicionales. El propó-



5 sito del multi-color es el proveer un producto para el
 consumidor que sea agradable a la vista. Por lo tanto,
 las partículas diferentemente coloreadas tienen que ser
 distinguibles, dando preferiblemente un color un fondo
10 para el otro. Para proveer una mezcla distinguible y sin
 embargo adherirse a procedimientos económicos y simples,
 el material de fondo conocido como matriz está general-
 mente presente en una proporción alta y en su color natu-
 ral, lo cual simplemente significa que no se le ha agre-
15 gado colorante. En el caso de detergentes el color natu-
 ral es usualmente blanco y este color provee un fondo
 excelente a pesar de que se ha encontrado que un azul
 claro es también agradable a la vista. El material colo-
 reado es generalmente el mismo que el de la composición
20 de la matriz, a pesar de que puede ser diferente, con un
 colorante añadido. Está usualmente presente en una pro-
 porción mucho menor y es de un color que contrasta agu-
 damente con el de la matriz. Por ejemplo, azules
 oscuros destacan muy bien, especialmente contra un fon-
 do blanco o azul claro.

 Teniendo en cuenta lo anterior, se trató de
 preparar un producto en partículas multi-coloreado usan-
 do un sistema convencional de secado por rociado en con-
 tracorriente y materiales de colores agudamente contras-
25 tantes, siendo el objetivo, entre otros, el obtener un
 producto en el cual un color era agudamente distinguible
 del color del material de fondo. Se encontró que las par-
 tículas que debían contrastar con la matriz no desta-
 caban como era esperado. En su lugar tenían una aparien-
30 cia "polvorienta" y la mezcla no era agradable a la vista.



Examinando de cerca estas partículas se revelaba que la capa "polvorienta" sobre las partículas estaba compuesta de finos que son partículas que pasan a través de una malla 100. Estos finos eran de material de fondo o matriz.

Para solucionar el problema de los finos, se propuso el instalar un sistema de eliminación de finos mas sofisticado pero el alto costo de la eliminación de la pequeña cantidad de finos con tal sistema es prohibitivo. A este respecto se deberá notar que un gran porcentaje de finos proceden de gotas muy pequeñas que se forman en la boquilla de rociado. A pesar de que el tamaño de casi todas las gotas pueden ser mantenido dentro de ciertos márgenes ajustando la presión y el tamaño del orificio de la boquilla, no se puede evitar un número pequeño de gotas muy pequeñas. Otros finos son producidos por el choque de partículas unas con otras y contra la pared de la torre de rociado. Debido a que el efecto recíproco de las corrientes de aire, por ejemplo en forma de remolinos, de las temperaturas de la torre y de la gravedad, hace que los finos se muevan en una forma no predecible en la torre de rociado, cualquier cosa que no fuera el secado por rociado separado de la matriz y las partículas coloreadas, no resultaba práctico ni económico.

Además del problema de los finos resultantes del secado por rociado en contracorriente de un producto en partículas multi-coloreado, existe un problema adicional de aglomeración especialmente cuando se juntan una o mas partículas de la matriz y el producto co-



loreado. El resultado en este caso es similar a la capa "polvorienta" de finos descrita arriba ya que las partículas coloradas no son distinguibles. Problemas de la naturaleza antes descrita se ponen asimismo de manifiesto en relación con las técnicas de secado por rociado en contracorriente que tienen por objeto la provisión de productos en partículas ya sean de un solo color o de otro modo desprovistas de finos aglomerados y similares.

5
10
Es por lo tanto un objeto de la presente invención el proveer un procedimiento para la producción de productos en partículas en el cual los problemas anteriores son eliminados o por lo menos mitigados en un grado substancial.

15
Otro objeto es el proveer un procedimiento para la preparación de productos en partículas por el cual el producto está compuesto de partículas discretas substancialmente libres de aglomeración.

20
Otro objeto es el proveer un procedimiento para la preparación de un producto en partículas multicolorado en el cual se evita que los finos se adhieran a las superficies de las partículas que tienen un color diferente que el de los finos.

25
Otro objeto es el proveer un equipo de torre de rociado el cual es capaz de llevar a cabo el procedimiento inventivo de una manera efectiva, económica y simple.

Otros objetos y ventajas será evidentes por la descripción siguiente.

30
De acuerdo con la invención, se ha encontrado un procedimiento para la producción continua de un producto



en partículas en un sistema de secado por rociado o atomización en contracorriente que comprende los siguientes pasos:

5

1. formar una primera corriente de una matriz líquida capaz de ser convertida en partículas sólidas mediante secado por atomización;

2. pasar la primera corriente a un punto predeterminado de entrada en la parte superior de una torre de atomización;

10

3. formar una segunda corriente de una matriz líquida y capaz de ser convertida en partículas sólidas mediante secado por atomización;

15

4. pasar la segunda corriente a un punto de entrada en la torre de atomización a un nivel por debajo del punto de entrada de la primera corriente, en el cual substancialmente todos los finos formados en el punto de entrada de dicha primera corriente han sido substancialmente secados y a un nivel por encima del fondo de la torre de atomización suficiente para secar substancialmente las gotas formadas por la segunda corriente;

20

5. pasar una corriente de gas secador hacia arriba a través de la torre;

25

6. atomizar simultáneamente las dos corrientes desde sus puntos respectivos de entrada, hacia abajo, en forma de una pluralidad de gotas líquidas, dentro de la corriente de gas secador, que fluye hacia arriba con lo cual las gotas son secadas y convertidas en partículas sólidas; y

30

7. separar el producto secado que contiene una mezcla homogénea de partículas substancialmente discretas



desde el gas secante. En aquellos casos en que se preparan productos multi-coloreados, cada una de las corrientes respectivas de alimentación serán de un color distinto, es decir, que se diferencian visualmente con facilidad.

5 El equipo de torre de atomización que puede ser usado para llevar a cabo el procedimiento descrito arriba comprende:

1. Una torre de atomización vertical;
2. medios para proveer un primer líquido capaz de ser convertido en partículas por secado por atomización;

10 3. medios para proveer un segundo líquido capaz de ser convertido en partículas por secado por atomización;

15 4. medios para alimentar el primer líquido a un punto predeterminado de entrada en la porción superior de la torre;

20 5. medios para alimentar el segundo líquido a un punto de entrada situado en un 15 a un 60% por debajo del nivel del punto de entrada del primer líquido estando basado el porcentaje en la distancia desde el fondo de la torre de atomización al punto de entrada del primer líquido;

25 6. medios para atomizar cada uno de los líquidos desde sus puntos respectivos de entrada dentro de la torre de manera tal que se forma una pluralidad de gotas líquidas;

30 7. medios para pasar una corriente de gas secante en forma de contracorriente a través de dicha torre para secar las gotas y convertirlas en partículas; y

19.8.68



8. medios para retirar las partículas secas de la torre.

5 El procedimiento anterior cuando es utilizado para la producción de un producto en partículas multicolorado provee partículas de un color substancialmente distinguibles de las partículas de otro color; se evita substancialmente que los finos se adhieran a las superficies de las partículas que tienen un color diferente que el de los finos; y las partículas son discretas estando
10 substancialmente libres de aglomeración.

Es sorprendente que la adherencia de los finos y la aglomeración son llevadas a un mínimo debido al hecho de que los finos de la matriz pasan por el mismo lugar cuando se usa un nivel de atomización y las gotas coloreadas contrastantes del nivel inferior son expuestas
15 a los finos cuando tales gotas coloradas están en un estado húmedo, pegajoso, cuando son convertidas en partículas secas.

Un rasgo preferido y único de esta invención es el uso de una atomización fina en el nivel superior para proveer partículas finas (primera corriente) y un atomizado relativamente grueso en el nivel inferior para proveer partículas relativamente gruesas (segunda corriente). Las atomizaciones diferentes son generalmente obtenidas ajustando la presión y el tamaño de las boquillas,
20 lo cual está descrito en detalle mas adelante. Las atomizaciones pueden ser definidas en términos del tamaño de las partículas que resultan de las gotas formadas por la primera corriente que son de un tamaño suficiente para proveer partículas de malla -20 a +60 en una propor-
25
30



5 ción mayor y las gotas formadas por la segunda corriente que son de un tamaño suficiente para proveer partículas de malla -8 a +20 en una proporción mayor. Usando este rasgo se encontró inesperadamente que las partículas mayores no atraen finos debido a su tamaño y son aún mas distinguibles por su color que cuando la matriz es de un tamaño similar al de las partículas coloreadas contrastantes.

Con referencia al dibujo:

10 La única figura es una vista diagramática de lado mostrando un sistema o aparato de torre de atomización convencional modificado para llevar a cabo el procedimiento de la invención.

15 Un ejemplo de un equipo de torre de atomización que puede ser sometido a modificación para su uso en este invento se describe en la patente de los Estados Unidos nº 2.851.097 concedida a Ledgett el 9 de Septiembre de 1958. Esta patente describe un equipo para secar un producto suministrado continuamente bajo presión dentro de un distribuidor anular con una serie de boquillas de descarga que se prolongan dentro de la torre. La torre de la patente de Ledgett y la descripción dada en la misma pueden ser usadas para suministrar cualquier detalle del sistema de atomización los cuales son inherentes al procedimiento y aparato de la invención actual.

20

25

30 La siguiente descripción detallada del procedimiento y equipo de la invención con referencia al dibujo está explicada en términos de un rasgo preferido de esta invención, es decir, la producción de un producto detergente en partículas, multi-coloreado, a pesar de que



27 A

5 cualesquiera materiales líquidos que puedan ser capaces de ser convertidos en partículas por secado por atomización, es decir, de un solo color, multi-coloreados, etc. están considerados por su uso aquí. De esta misma forma, a pesar de que se consideran todos los diversos colores contrastantes, la matriz es ilustrada mejor por una composición detergente líquida no coloreada o azul claro, la cual puede ser secada por atomización, estando definida la matriz como la base o material de fondo la cual está presente en una proporción mayor en la composición. La matriz líquida no tiene color cuando no se le agrega color durante el proceso. Generalmente las composiciones detergentes que no han sido coloreadas son blancas y, por tanto, proveen un buen fondo para una mezcla de partículas con una apariencia distinguible. Como regla general se usan matrices blancas o azul claro en las composiciones detergentes multi-coloreadas, no solamente porque proveen un buen fondo, sino también por razones de facilidad y economía. El líquido usado en una proporción menor puede ser ilustrado por un líquido cuyo color provee un contraste agudo con el fondo blanco o azul claro. Son particularmente deseables los tonos oscuros de azul. Generalmente tanto la matriz como el líquido coloreado contrastantes están en forma de lechadas o suspensiones las cuales contienen los componentes necesarios para una composición detergentes completa.

10 Refiriéndose a la figura, los diagramas 1 y 2 representan las fuentes de lechadas de la matriz y del líquido coloreado contrastante 3 y 4, respectivamente. Estos diagramas se entiende que incluyen un sistema conven-

27 AGO.



5 cional de batidores o mezcladores con medios para colorear. Sistemas convencionales de batidores incluyen típicamente tolvas para almacenaje de materias primas, transportadores, dispositivos para pesar, un batidor, un depósito, un colador o dispositivo filtrador, un molino o amasadora y un desaireador.

10 Cuando ambas lechadas 3 y 4 son composiciones detergentes completas, las mismas pueden ser preparadas en el mismo sistema batidor, separadas en las proporciones deseadas, dando una porción un color contrastante, siendo el colorante usualmente añadido de un depósito y siendo mezclado uniformemente con esa porción de la lechada antes de que sea rociada dentro de la torre. Como una alternativa es ventajoso el usar una matriz que sea
15 una composición detergente completa y un líquido contrastante coloreado que sea una lechada de los componentes inorgánicos de una composición detergente. En este caso la matriz es preparada en el sistema batidor y la lechada líquida coloreada contrastante es preparada en un sistema mezclador separado el cual es similar al sistema batidor descrito. Generalmente puede distinguirse la batición o batido del simple mezclado en que el batidor tiene una camisa a través de la cual se pasa agua caliente para mantener la temperatura de la mezcla y un agitador especialmente efectivo, el cual mezclará satisfactoriamente los componentes orgánicos e inorgánicos de la composición detergente.
20
25

30 Un procedimiento típico de batición usado para proveer la lechada para detergentes secados por atomización es mostrado en los siguientes ejemplos.

19.8.68

1/27 AGU



5 La lechada líquida sin color 3 es bombeada a través del sistema de batición el cual está representado por la fuente 1 a través del conducto 5 por medio de una bomba reforzadora 7 y una bomba de alta presión (triplex) 8 a las boquillas de rociado 9 las cuales están generalmente presentes en una pluralidad de 5 a 12 colocadas en la porción superior de la torre de atomización 10 en una configuración circular. Se puede usar un distribuidor en forma de anillo o boquillas separadas. La lechada bajo presión es atomizada dentro de la torre 10 desde las boquillas o toberas 9 en forma de gotas líquidas.

10 La lechada líquida de colores contrastantes es bombeada desde la fuente 2 a través del conducto 6 por medio de una bomba 11, la cual no es una bomba de alta presión. En este caso, debido a que se usan bajas presiones, se puede evitar una bomba triple. La lechada es bombeada a la(s) boquilla(s) 10 en donde es rociada bajo presión dentro de la torre en forma de gotas líquidas. Se pueden usar relativamente pocas boquillas, generalmente una o dos, en el nivel inferior el cual en este caso está 25% por debajo del nivel de las boquillas de atomización 9. El atomizado desde las boquillas 9 y 12 es conducido simultáneamente.

25 El diagrama designado sistema de entrada de aire-soplante-calentador 13 provee el gas secante, en este caso, aire, para el sistema de contracorriente de la torre de atomización. El aire caliente es soplado dentro de una cámara impelente 14 la cual es parte del sistema 13 y a través de cañerías 15 dentro de la torre de atomización hacia arriba para encontrar las gotas de las bo-

30



quillas 9 y 12 es decir, el aire se mueve en una trayectoria vertical contra la corriente de las gotas que caen, secando las gotas y convirtiendolas en partículas sólidas.

5 El punto de entrada del líquido coloreado contrastante o el nivel inferior de boquilla se ha definido antes. Este nivel está alrededor del 15 al 60% por debajo del punto de entrada del líquido matriz o nivel superior de boquilla. El porcentaje está basado en la

10 distancia desde el fondo de la torre de atomización al punto de entrada del líquido matriz o nivel superior de boquilla. Las boquillas superiores están designadas por el 9 y las boquillas inferiores por el 12. Con el propósito de medir la distancia, el fondo de la torre está

15 definido como el punto en donde el gas secante penetra en la torre (en las tuberías 15). El fondo de la torre puede tambien ser definido como el extremo inferior de la pared vertical de la torre de atomización la cual está en aproximadamente la misma posición que la entrada de

20 aire o tuberías 15 del sistema de contracorriente. Los lados verticales típicos miden 18 y 30 m. de largo. Los porcentajes preferidos para la posición del nivel inferior de boquilla son de alrededor de 18% y alrededor del 35% mas abajo del nivel superior de boquilla siendo los

25 más útiles niveles de 20% y 33-1/3%.

La corriente de aire o gas secante lleva los finos mas pequeños hacia arriba y fuera de la torre de atomización al sistema de finos 16 en donde la porción reusable es devuelta al sistema de batición. Los finos mas

30 grandes que siguen el mismo camino que el producto en par-



tículas y que debido al procedimiento del invento no se adhieren al producto, caen en el transportador 17 junto con el producto y son separados hasta cierto punto en el sistema colector 18. Sin embargo aparecen finos en el producto final. Las varias partes de un sistema colector convencional son transportadores vibratorios y de aire, ventilador, ciclón, cámara de perfume, cribas y bidones receptáculos no especificados en el diagrama.

Las proporciones de matriz y partículas coloreadas contrastantes en el producto final pueden cubrir márgenes amplios y son preferiblemente desde alrededor de 85% a alrededor de 98% por peso de partículas de matriz y alrededor del 2% a alrededor del 15% de partículas coloreadas contrastantes. Las proporciones óptimas son de alrededor del 93% a alrededor del 97% de matriz y de alrededor del 3% a alrededor del 7% de partículas coloreadas contrastantes. La selección de los márgenes óptimos es usualmente hecho con una prueba del consumidor para determinar la mezcla mas placentera a la vista. Las proporciones no son críticas excepto que la matriz esté generalmente presente en una cantidad de por lo menos dos veces la de las partículas coloreadas contrastantes para así lograr el efecto apropiado. Los materiales iniciales son seleccionados sobre la base de la proporciones deseadas de matriz y partículas coloreadas contrastantes. Cuando se use para ambos la misma composición detergente, excepto por el color, las proporciones se aproximarán a las dadas arriba; cuando haya presente en la matriz materiales orgánicos e inorgánicos y solo inorgánicos en el líquido coloreado, habrá una variación pequeña de manera que haya pre-



del tamaño de la gota. La presión del nivel superior y las boquillas son ajustados para proveer gotas finas y la presión del nivel inferior y la(s) boquilla(s) son ajustados para proveer gotas relativamente gruesas siendo una proporción mayor de las gotas del nivel inferior mayores que una proporción mayor de las gotas del nivel superior. La proporción mayor y preferiblemente alrededor del 60 al 80% por peso de las gotas del nivel superior, pueden ser tal que en el secado se forman partículas de malla -20 a +60 y la proporción mayor y preferiblemente alrededor del 60 al 80% por peso de las gotas del nivel inferior, puede ser tal que se forman partículas de malla -8 a +20.

Se pueden usar varios detergentes aniónicos y no iónicos y mezclas de los mismos en el procedimiento inventivo.

Detergentes aniónicos apropiados son solubles en agua y tienen un sustituyente hidrófobo de cadena larga que contiene por lo menos 8 átomos de carbono, generalmente de 8 a 26 átomos de carbono y preferiblemente de 12 a 18 carbonos, en su estructura molecular y por lo menos un grupo solubilizante en agua seleccionado del grupo que consiste en sulfato, sulfonato y carboxilato para así formar un detergente soluble en agua. Los sulfonatos de alquilo arilo son preferiblemente usados como el detergente aniónico, prefiriéndose el tipo lineal de alquilo sobre el de cadena ramificada. Típicos de esta clase de compuestos son aquellos en los cuales el núcleo arilo es derivado del benceno, tolueno, xileno, fenol, cresol y naftaleno y los sustituyentes de alquilo son derivados



21

de los ácidos grasos. Ejemplos del grupo alquilo son el decilo, dodecilo, tridecilo, miristilo y hexadecilo. Alquilos mixtos de cadena larga derivados de los ácidos grasos de aceite de coco y ácidos grasos de sebo pueden ser también usados junto con olefinas de parafina crackeada y polímeros de monoolefinas inferiores. Los grupos alquilo, como se sugiere, pueden ser saturados o no saturados. Ejemplos de otros detergentes aniónicos alifáticos son los ésteres de ácido sulfúrico y alcoholes polivalentes no completamente esterificados con ácidos grasos superiores, ya sean saturados o no saturados, particularmente aquellos cuyos grupos acilo contienen desde 12 a 18 átomos de carbono, por ejemplo, monosulfato de monoglicérido de aceite de coco, monosulfato de monoglicérido de aceite de coco hidrogenado, monosulfato de monoglicérido de sebo; sulfatos de alquilos superiores de cadena larga puros o mixtos de 12 a 18 carbonos, por ejemplo sulfato de laurilos, sulfato de cetilo, sulfato de alcoholes grasos superiores derivados de ácidos grasos de aceite de coco o de sebo hidrogenados o no hidrogenados; los ésteres de ácidos grasos superiores y de ácidos hidroxil alquilo sulfónicos, por ejemplo, ésteres de ácidos grasos superiores y de ácido 2,3 dihidroxipropano sulfónico, amidas de ácidos grasos superiores y de ácidos amino alquilo sulfónicos, por ejemplo amida de ácido oléico y de ácido amino metilo sulfónico y la amida de ácido láurico y de taurina. Otros sulfatos o sulfonatos alifáticos de cadena larga pueden ser usados incluyendo los sulfoacetatos grasos, por ejemplo, sulfoacetatos de alcoholes grasos de coco; monoetanolamidas

19.8.68



de acilos grasos sulfatados, por ejemplo, monoetanolami-
na de lauroilo sulfatado; sulfoacetamidas grasas, por
ejemplo, sulfoacetamida de laurilo; sulfosuccinatos de alquilo
inferior, por ejemplo, sulfosuccinato de dioctilo; aceites
5 grasos sulfatados o sulfonados, tales como el aceite rojo
sulfonado o sulfatado y ésteres de alquilos inferiores y
de ácidos grasos superiores alfa-sulfonados, por ejemplo,
ester metilico de ácido alfa-sulfo mirístico, sal sódica.
Detergentes sintéticos con un grupo carboxilato y, parti-
10 cularmente, las amidas de ácidos grasos superiores y com-
puestos aminoácidos alifáticos de cadena larga pueden
también ser usados tales como los arcosinatos de ácidos
grasos superiores de alrededor de 10 a 18 carbonos, usual-
mente de 12 a 14 carbonos, en el radical de acilo, prefe-
15 riblemente las sales solubles en agua de N-lauroil o de
N-cocoil sarcosina.

Otros materiales son las amidas de ácidos grasos
superiores y de amino ácidos polipeptidos obtenidas por
hidrólisis de proteínas. Sulfatos apropiados que contienen
20 eter que puedan ser usados son los sulfatos éter de al-
quilo-fenol poliglicol por ejemplo polietilenoxi, sulfatos
de lauril fenol y sulfatos éter de poliglicol y alquilo,
por ejemplo, etilenoxisulfatos de laurilo, cada uno con-
teniendo alrededor de 10 a 18 carbonos en dichos grupos
25 alquilo y alrededor de 2 a 10 moles de óxido de etileno,
usualmente de 3 a 4 moles por molécula. Estos varios deter-
gentes aniónicos son usados en forma de sus sales solubles
en agua o dispersables en agua, tales como las sales de
aminas de metales alcalinos y de metales alcalinotérreos.
30 Ejemplos son las sales de sodio, potasio, magnesio y las

27 AGU.



sales de amonio, de monoetanolamina, de dietanolamina, y de trietanolamina y mezclas de las mismas.

5 Como detergente no iónico se pueden usar en la composición de esta invención cualquiera de los detergentes convencionales, no iónicos, solubles en agua. Estos detergentes no iónicos pueden estar en forma líquida o pastosa.

10 Generalmente tales detergentes no iónicos tienen un grupo hidrófobo con por lo menos 8 átomos de carbono y preferiblemente de 8 a 30 átomos de carbono. Una clase en particular de tales detergentes es la formada por la oxialquilación de ácidos grasos, alcoholes, fenoles, mercaptanos, tiofenoles, aminas y amidas con óxido de etileno, óxido de propileno y otros óxidos de alquileo afines. Tales materiales usualmente tienen por lo menos 15 5 moles de óxido de alquileo y preferiblemente 5 a 30 moles de óxido de alquileo, dependiendo del grupo hidrófilo particular que se desee. Representativos de estos materiales son los condensados formados por condensación 20 de óxido de etileno con alquilo fenoles o alcoholes. Particularmente preferidos aquí son los condensados formados por la reacción de un mol de nonilfenol o de una mezcla de alcoholes de C₁₂ a C₁₈ saturados, alifáticos, de cadena recta con 8 a 12 moles de óxido de etileno conteniendo 25 los condensados un promedio de alrededor de 8 a 10 grupos de óxido de etileno por molécula. Algunos ejemplos específicos de este tipo de detergentes no iónicos son como sigue: condensados de nonilfenol-óxido de etileno con un promedio de 9,5 grupos de óxido de etileno por 30 molécula; una mezcla de alcoholes alifáticos saturados

19.8.68



5 teniendo desde 14 carbonos a 18 carbonos en sus cadenas
y un promedio de 8,5 moles de óxido de etileno por molé-
cula; condensados de óxido de etileno-alcohol de sebo
teniendo un promedio de 9 moles de óxido de etileno por
molécula y una mezcla 1:1 de alcoholes alifáticos satura-
dos de C_{12} y C_{14} teniendo un promedio de 8,5 moles de
10 óxidos de etileno por molécula. Otros condensados de al-
quilofenol son los de diamilfenol p-ter-octilfenol, 2,4
díciclohexilfenol, m-pentadecilfeno y bencil-o-hidroxibi-
fenilo. Otros condensados con óxido de alquileo son los
de aceite de resina o de tall, alcoholes alifáticos de
cadena ramificada de C_{14} a C_{17} , lanolina, cera de abe-
jas, bis-fenoles, cera de parafina oxidada, ácidos naf-
ténicos y alcanolamidas de acilos grasos. Se consideran
15 mezclas de varios detergentes no iónicos solubles en
agua.

Las sales mejoradoras de detergencia que pueden
ser usadas en este procedimiento son materiales bien
conocidos. Tanto las sales inorgánicas como orgánicas so-
20 lubles en agua, básicas y neutrales, están incluidas en
este grupo. Entre las sales inorgánicas mejoradoras de
detergencia, los fosfatos mejoradores de detergencia son
de uso común. Ejemplos de fosfatos mejoradores de deter-
gencia son los tripolifosfatos y pirofosfatos de metal
25 alcalino de los cuales las sales de sodio y de potasio son
generalmente usadas ya sean solas o en mezclas. Otros
ejemplos de fosfatos mejoradores de detergencia son el
tripolifosfato de sodio; fosfato de sodio, tribásico;
fosfato sódico, monobásico; fosfato sódico, dibásico;
30 pirofosfato sódico; y pirofosfato sódico, ácido. Las sa-

27 AGO



5 les de potasio correspondientes pueden también ser usa-
das junto con mezclas de las sales o las correspondientes
sales mixtas de sodio y potasio. De los tripolifosfatos
se prefiere un material de fase baja 1 y es convencional
para las operaciones de secado por atomización. El mate-
rial de fase baja 1 es un tripolifosfato de fase 2 asocia-
do con un máximo de alrededor de 8% de tripolifosfato de
fase 1, siendo la forma cristalina de fase un material de
elevación a temperatura alta el cual se hidrata mas rápi-
damente que el material de fase 2. Otras sales inorgáni-
cas mejoradoras de detergencia están ejemplificadas por
10 los sulfatos de metal alcalino tales como sulfato sódico;
cloruro sódico; carbonato sódico; metasilicato sódico;
silicatos sódicos en donde el promedio de Na_2O a SiO_2
es desde alrededor de 1:1,6 a alrededor de 1:3,2; bórax
15 y carbonato de amonio. El ión de potasio puede ser subs-
tituido por el ión de sodio en donde sea posible y se con-
sideran mezclas de las sales mejoradoras de detergencia
anteriores. Los mejoradores de detergencia orgánicos in-
cluyen sales de ácidos organicos y, en particular, las
20 sales solubles en agua de ácidos aminopolicarboxílicos.

Las sales de metal alcalino tales como las de
sodio, potasio y litio; sales de amonio y amonio subs-
tituido tales como el metiloamonio, dietanolamonio y
25 trietanolamonio; y sales de aminas tales como la mono-di-
y trietanolamina, metilamina, octilamina, dietilenotria-
mina, trietilenotetramina y etilenodiamina son eficaces.
La porción ácida de la sal puede derivarse de los ácidos
tales como ácido nitrilodiacético; ácido N-(2-hidroxi-eti-
30 lo)nitrilodiacético; ácido nitrilotriacético (NTA); ácido

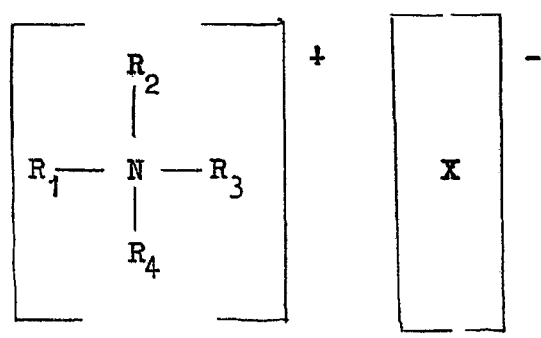
19.8.68



etilenodiaminotetra-acético (EDTA); ácido N-(2-hidroxietilo) etileno diamina triacético; ácido 2-hidroxietilo imino diacético; ácido 1,2-diaminociclohexanodiacético; ácido dietilenotriamino-penta-acético.

5 Se pueden incluir en el procedimiento ablandadores o suavizadores sales como las sales de amonio cuaternario. Estas están ejemplificadas por la siguiente fórmula general:

10



15

en donde R_1 son grupos alquilo cada uno conteniendo desde 1 a 3 átomos de carbono; R_2 y R_4 son grupos alifáticos cada uno conteniendo desde 12 a 22 átomos de carbono y X es seleccionado del grupo que consta de cloro, bromo y sulfato de metilo. Estos compuestos son rápidamente dispersables en agua. Ejemplos específicos son los siguientes; cloruro de diestearil dimetil amonio cuaternario; bromuro de diestearil dimetilo amonio cuaternario; metil-sulfato de diestearil dimetil amonio cuaternario; cloruro de dicoco dimetil amonio cuaternario; cloruro de dimetil araquidilo behenil; amonio cuaternario cloruro de dialquil dimetilo, amonio cuaternario, los grupos de alquilo de los cuales comprenden una mezcla que consiste esencial-

20

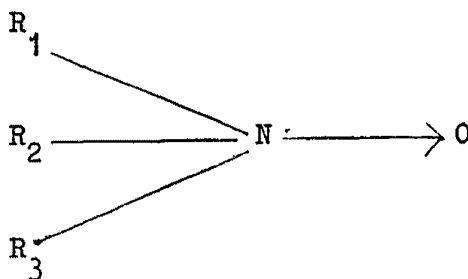
25

30



mente en 24 partes de hexadecilo, 75 partes de octadeci-
 lo y 1 partes de grupos de octadeceno; el último cloruro
 de amoniocuaternario es también conocido como cloruro de
 dimetil disebo deshidrogenado amonio y es particularmente
 5 preferido. Se pueden emplear si se desea mezclas de dos
 o mas agentes ablandadores o suavizantes catiónicos.

(El término "coco" se refiere a grupos de ácidos grasos for-
 mados en ácidos grasos de aceite de coco. Tales ácidos
 contienen desde alrededor de 8 a alrededor de 18 átomos
 10 de carbono por molécula con predominio de ácidos de C₁₂-
 C₁₄). Otros ejemplos son el cloruro de dimetilo disebo
 hidrazinio y metilo sulfato de dimetilo disebo amonio cua-
 ternario. Debe tenerse también en cuenta que las sales
 cuaternarias solamente pueden ser usadas con compuestos no
 15 iónicos en composiciones detergentes suavizadoras. Otros
 suavizantes que pueden ser usados con detergentes anió-
 cos y no iónicos están ejemplificados por los amino óxidos
 caracterizados como óxidos de mono aminas, alquilo superior-
 aminas, di-alquilo inferior-aminas o hidroxi-alquilo-aminas
 20 de la fórmula general:



en donde R₁ es un alquilo de por lo menos 18 átomos de
 30 carbono y preferiblemente de 18 a 22 átomos de carbono y



27 AGO

R_2 y R_3 pueden ser independientemente alquilo inferior o hidroxialquilo de desde 1 a 4 átomos de carbono y una sal mejorada de detergencia soluble en agua.

Entre los amino óxidos considerados están:

5

óxido de esteril dimetilamina

óxido de estearil dietilamina

óxido de estearil di-n-propilamina

óxido de estearil di-isopropilamina

óxido de estearil di-n-butilamina

10

óxido de estearil di-sec-butilamina

óxido de estearil di-tert-butilamina

óxido de eicosil-1-dimetilamina

óxido de docosil-1-dimetilamina

óxido de estearil metil etil amina

15

óxido de estearil metil isopropil amina

óxido de estearil etil isopropilamina

óxido de estearil isopropil isobutil amina

óxido de docosil metil etil amina

óxido de docosil dietilamina

20

óxido de docosil diisopropil amina

óxido de estearil bis(2-hidroxietil) amina

óxido de estearil metil-2-hidroxietil amina

25

Aunque los amino óxidos que se prefieren son los ilustrados arriba, se pueden también emplear como radical R_1 un grupo mono ó di-insaturado con la condición sin embargo de que por cada grado de insaturación se encuentre presente un átomo extra de carbono por encima del mínimo crítico de 18 átomos de carbono. Por lo tanto R_1 puede ser eicosenilo, docosenilo o tricosenilo.

30

Varios otros aditivos pueden también usarse en el



procedimiento inventivo. La carboximetilcelulosa de metal
alcalino puede ser ventajosamente introducida, así como
perfumes blanqueadores y agentes azulantes. Ejemplos de
blanqueadores son los estilbenos, por ejemplo triazoles
y cianúricos y bencidina sulfonas siendo preferidos los
estilbeno triazoles. Un ejemplo de un agente azulante
es el azul ultramarino, el cual puede ser usado para ser-
vir un doble propósito es decir, como agente colorante y
azulante. Una composición para el lavado total puede tam-
bién prepararse si se desea incluir agentes blanqueantes,
con los componentes antes mencionados. Generalmente los
agentes blanqueantes son blanqueantes de oxígeno siendo
ejemplos típicos los perboratos de sodio y potasio y el
persulfato de potasio. Agentes suspensores de la suciedad
tales como el alcohol de polivinilo así como antioxidantes
pueden también ser incluidos si se desea.

Las proporciones de componentes que están típi-
camente presentes en el producto final, en partes por pe-
so, son como sigue: detergente alrededor de 5 a alrededor
de 30 partes y preferiblemente de alrededor de 7 a alre-
dedor de 15 partes; sal de amonio cuaternario de alrededor
de 2 a alrededor de 8 partes y preferiblemente de alrede-
dor de 3 a alrededor de 6 partes (si se desea una compo-
sición detergente ablandadora); sal mejoradora de deter-
gencia - de alrededor de 15 a alrededor de 87,5 partes
y preferiblemente de alrededor de 60 a alrededor de 85
partes; carboximetilcelulosa de metal alcalino - de alre-
dedor de 0,1 a alrededor de 5 partes y preferiblemente de
alrededor de 0,2 a alrededor de 3 partes; colorantes, per-
fumes, blanqueadores, agentes azulantes; agentes de suspen-



der la suciedad; jabones y antioxidantes - peso total de 0 a alrededor de 4 partes y preferiblemente de 0 a alrededor de 3 partes; agentes blanqueante - de 0 a alrededor de 10 partes; preferiblemente de 0 a alrededor de 5 partes (si se desea un lavado total.

Hay usualmente desde alrededor de 1 a alrededor del 15% por peso de agua y preferiblemente de 7 a 12%. El contenido preferido de agua depende del material que se va a secar por atomización siendo secados los materiales orgánicos hasta un 1% o menos del contenido de agua. Sin embargo un secado substancial es considerado ser de alrededor de 15% o menos.

Colorantes estables al calor deben ser elegidos para su uso dentro del procedimiento debido a que los materiales colorantes son expuestos al calor del secado por atomización. Los colorantes son deseablemente estables a los medios alcalinos y no tienen substantividad ninguna, o despreciable, para las telas. Pueden ser tintes, pigmentos inorgánicos o pigmentos orgánicos. Lo siguiente es una lista de agentes colorantes apropiados incluyendo tanto los tintes como los pigmentos:

Azul: Azul de Ftalocianina (Azul sólido Monastreal, Azul heliógeno), Ultramarino, Azul Patente A, Erioglaucine, Indigo, Azul Brillante FCF.

Rojo: Lacas de alizarina, Pigmento de Rodamina, carmesi EMB, Rojo Litol, Rojo. azoico.

Naranja: Naranja de cromo, alizarina

Amarillo: Amarillo indantreno, Amarillo de cromo, Amarillo Naftol, Amarillo Metani, Tartrazina, Amarillo Hansa.



Verde: Verde de Ftalocianina (Verde sólido
Monastral, Verde Heliógeno), Pigmento
Verde B, Naftol Verde B, Verde de
Cianina Alizarina.

5 Violeta: Violeta lana, Violeta Antraquinona.

Los materiales colorantes pueden ser usados
como soluciones o suspensiones en un solvente apropiado,
usualmente agua. Sin embargo, cualquier solvente
puede ser usado en una concentración apropiada la cual
10 no presentará un peligro de explosión en la operación
de atomización en la torre.

Usualmente las soluciones o suspensiones de
material colorante contienen alrededor del uno al cinco
por ciento por peso de material colorante.

15 Los siguientes ejemplos en los cuales las partes
y porcentajes son por peso son ilustrativos de esta
invención.

EJEMPLO I

20 Este ejemplo es llevado a cabo usando el equipo
descrito arriba.

La mezcla de batición es como sigue:

	<u>Componentes:</u>	<u>Partes</u>
25	Agua	38,0
	Benceno sulfonato de tridecilo lineal	10,0
	Alcohol etoxilado lineal de C ₁₄ -C ₁₅ conteniendo 11 grupos de óxido de etileno	2,0
30	Jabón sódico	2,0



	Silicato sódico	7,0
	Carboximetilcelulosa de sodio	0,5
	Alcohol de polivinilo	0,2
	Tripolifosfato sódico	34,0
5	Blanqueadores antioxidantes, etc.	0,45
	Azul ultramarino	0,15
	Sulfato sódico	35,0

Vapor a una presión atmosférica es dirigido continuamente contra la camisa de un batidor el cual es-
ta equipado con un mezclador de paletas. Es introducida
10 agua dentro del batidor a alrededor de 50°C. El deter-
gente es entonces añadido sin agitación y después se co-
mienza una agitación del medio a 150 rpm.

Entonces se añaden azul ultramarino, carboxi-
15 metilcelulosa de sodio, blanqueadores, alcohol de pivi-
nilo y antioxidante. Después de lo cual se añade el sul-
fato sódico y el silicato sódico. La temperatura es en-
tonces elevada a 65°C, seguida por la introducción del
tripolifosfato de sodio con un aumento en la agitación
20 a alrededor de 350 rpm. El tiempo de batición es de al-
rededor de 15 minutos. La lechada resultantes es enton-
ces separada en 95 partes de matriz (azul claro) y 5 partes
para el coloreado. Las 5 partes son entonces mezcladas
con 0,075 partes de azul de ftalocianina para obtener un
25 color azul oscuro.

La lechada azul claro es entonces bombeada al
nivel superior de boquilla y la lechada azul oscuro al
nivel inferior de boquilla bajo las siguientes condicio-
nes de la torre de atomización:

30

20.8.68

2 / AGO.



	Temperatura de entrada del aire en la torre	alrededor de 34 ⁰ 2C
	Temperatura de salida del aire en la torre	" 10 ¹ 2C
	Orificio de la boquilla - nivel superior	4,5 mm.
5	Orificio de la boquilla - nivel inferior	5,5 mm.
	Número de boquillas - nivel superior	6
	Número de boquillas - nivel inferior	1
10	Presión - nivel superior	49 Kg/cm ²
	presión - nivel inferior	7 Kg/cm ²
	distribución de tamaños de partícula en el producto final resultante del nivel superior	
15	<u>Tamiz U.S. Sieve No.</u>	<u>%</u>
	+ 8	1,5
	-8 + 20	27,0
	-20 +40	42,0
	-40 +60	20,0
20	-60 +80	4,0
	-80 +100	2,0
	-100	3,5
25	Distribución de tamaños de partícula en el producto final resultante del nivel inferior	
	-8 +20	mayor del 60%
	-20 +40	mayor del 20%
30	Nota: la desingnación de menos (-) significa el material que pasa a través de la malla y la designa-	

20.8.68



ción de mas (+) significa el material que se queda en la malla.

Distancia desde el nivel superior al fondo de la torre	1,8 m.
distancia desde el nivel superior al nivel inferior	1,2 m.

El producto resultante es una mezcla homogénea de 95 partes de partículas de matriz azul claro y 5 partes de partículas azul oscuro las cuales son substancialmente distinguibles contra el fondo de la matriz. Las partículas tienen un contenido de humedad de 8,5% y son discretas sin que se adhieran substancialmente fincs a la superficie de las partículas azul oscuro y sin aglomeración.

EJEMPLO II

Se repite el Ejemplo I excepto que una lechada de componentes inorgánicos es mezclada separadamente, coloreada y atomizada desde el nivel inferior de boquilla. La lechada azul claro es usada en una cantidad de 96 partes y la lechada inorgánica azul oscuro es usada en una cantidad de 4 partes. Los componentes de la lechada azul oscuro son silicato, sulfato, tripolifosfato y azul de ftalocianina en las mismas proporciones que en el Ejemplo I.

El resultado es el mismo que se describe en el Ejemplo I excepto por la ligera diferencia de proporciones entre el azul claro (96%) y azul oscuro (4%):

EJEMPLO III

Se repite el Ejemplo I excepto que se añade



azul ultramarino a la lechada azul obscuro. La matriz es, por lo tanto, blanca.

El resultado es el mismo que en el Ejemplo I excepto que las partículas de matriz resultante son blancas.

5

EJEMPLOS IV y V

Se repite el Ejemplo I omitiendo en un caso el detergente sulfonato y en el otro caso el alcohol etoxilado detergente manteniendo sin embargo la misma cantidad total, es decir, 12 partes de detergente.

10

Los resultados son los mismos que en el Ejemplo I.

EJEMPLO VI

Se repite el Ejemplo III excepto que el azul de ftalocianina es omitido en la lechada azul obscuro. El único colorante es azul ultramarino, y por lo tanto, la tonalidad de azul no es tan oscura.

15

El resultado es el mismo que en el Ejemplo III excepto por la tonalidad azul de las partículas coloreadas.

20

EJEMPLO VII

Se repite el Ejemplo I excepto que no es añadido colorante a la muestra de 95 partes de matriz ni a la muestra de 5 partes de matriz. Los resultados obtenidos son similares a los descritos en el Ejemplo I, es decir, el producto en partículas está substancialmente libre de finos y de aglomeración.

25

30

27 AGO 1968



Esta solicitud que corresponde a la presentada en Estados Unidos de América, con fecha 19 de Julio de 1967, Nº 654.423, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

5

N O T A

10

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:

15

1.- Un procedimiento para la producción continua de un producto en partículas en un sistema de secado por atomización en contracorriente, que comprende formar una primera corriente de matriz líquida capaz de ser convertida en partículas sólidas mediante secado por atomización; pasar la primera corriente a un punto predeterminado de entrada en la porción superior de una torre de atomización; formar una segunda corriente de matriz líquida y capaz de ser convertida en partículas sólidas mediante secado por atomización; pasar la segunda corriente a un punto de entrada en la torre de atomización a un nivel por debajo del punto de entrada de la primera corriente en el cual substancialmente todos los finos formados en el punto de entrada de dicha primera corriente han sido substancialmente secados, y a un nivel por encima del fondo de la

20

25

30

20.8.68



torre de atomización suficiente para secar substancialmente las gotas formadas por la segunda corriente; pasar una corriente de gas secante hacia arriba a través de la torre; atomizar simultáneamente las dos corrientes desde sus respectivos puntos de entrada hacia abajo en forma de una pluralidad de gotas líquidas dentro de la corriente de gas secante que fluye hacia arriba con lo que las gotas secadas y convertidas en partículas sólidas; y separar del gas secante el producto secado que contiene una mezcla homogénea de partículas substancialmente discretas.

2.- El procedimiento definido en la reivindicación 1, en el cual el punto de entrada de la segunda corriente está alrededor del 15% a alrededor del 60% por debajo del punto de entrada de la primera corriente estando basado el porcentaje en la distancia desde el fondo de la torre de atomización al punto de entrada de la primera corriente.

3.- El procedimiento definido en la reivindicación 2, en el cual las gotas que resultan de la primera corriente son gotas relativamente finas comparadas con las gotas que resultan de la segunda corriente.

4.- El procedimiento definido en la reivindicación 3, en el cual las gotas finas son de un tamaño suficiente para proveer una proporción mayor de partículas de una distribución de tamaños entre alrededor de una malla de 20 y una de 60, y las gotas producidas de la segunda corriente son de un tamaño suficiente para proveer una proporción mayor de partículas de una distri-

27 AG



bución de tamños entre alrededor de una malla de 8 y una de 20.

5 5.- El procedimiento definido en la reivindicación 2, en el cual los líquidos son composiciones detergentes que contienen un miembro seleccionado del grupo que consiste en detergentes aniónicos y no iónicos y mezclas de los mismos.

10 6.- El procedimiento definido en la reivindicación 5, en el cual la composición detergente contiene adicionalmente una sal mejoradora de detergencia seleccionada del grupo que consiste en sales mejoradores de detergencia orgánicas e inorgánicas.

15 7.- El procedimiento definido en la reivindicación 2, en el cual la segunda corriente tiene una composición inorgánica que comprende sales mejoradoras de detergencia.

8.- El procedimiento definido en la reivindicación 2, en el cual dichas primera y segunda corrientes son de un color contrastante.

20 9.- Un equipo de torre de atomización que comprende una torre de atomización vertical; medios para proveer un primer líquido capaz de ser convertido en partículas mediante secado por atomización; medios para proveer un segundo líquido capaz de ser convertido en partículas mediante secado por atomización; medios para alimentar el primer líquido a un punto predeterminado de entrada en la porción superior de la torre; medios para alimentar el segundo líquido a un punto de entrada alrededor del 15 al 60% por debajo del nivel del punto de entrada del primer líquido, estando basado el porcentaje en la distancia desde el fondo

25

30



de la torre de atomización al punto de entrada del primer líquido; medios para atomizar cada uno de los líquidos desde sus puntos respectivos de entrada dentro de la torre, de manera tal que se forme una pluralidad de gotas líquidas; medios para pasar una corriente de gas secante en forma de contracorriente a través de dicha torre para secar las gotas y convertirlas en partículas; y medios para retirar las partículas secas de la torre.

5

10.- Un procedimiento para la producción continua de un producto en partículas.

10

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

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

15

Madrid, 27 AGO. 1950

P.A.

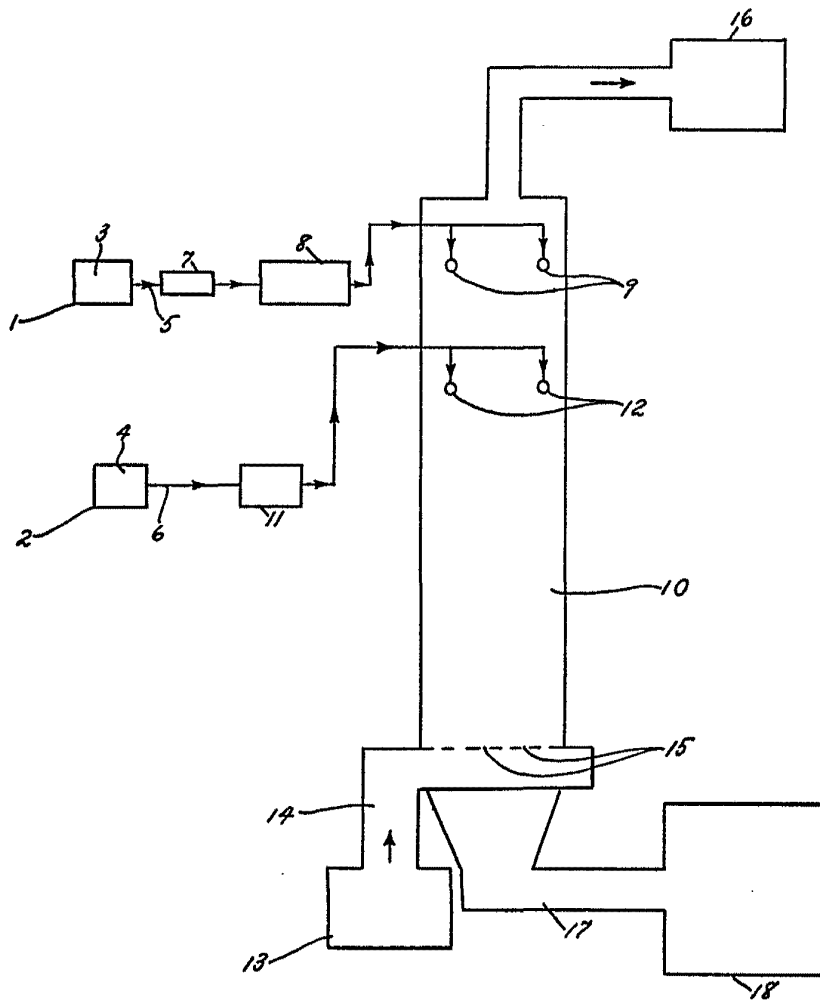
Alberto de Eizabard
[Handwritten signature]

20.8.68

IAG/

356028

RTF



[Handwritten signature]