

356635

P.- 39.062

P 1513 Sp

Memoria descriptiva

6 SEP. 1968



para solicitar PATENTE DE INVENCION

por 20 años

a nombre de SHELL INTERNATIONALE RESEARCH MAATSCHAPPIJ N.V.

entidad ~~de nacionalidad~~ holandesa

con domicilio en Carel van Bylandtlaan 30, La Haya, Holanda.

por: "UN PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR UNA COMPOSICION DETERGENTE" (Clase Internacional C11d)



El presente invento se refiere a un procedimiento para la fabricación de composiciones detergentes adecuadas para ser usadas en forma de líquidos acuosos para lavado de platos y tejidos y para otras aplicaciones en las cuales se usan líquidos o soluciones acuosas de lavado.

Los líquidos acuosos de lavado se preparan convenientemente añadiendo al agua la cantidad requerida de un concentrado acuoso en forma de composición líquida detergente, que comprende agua y una o más sustancias detergentes; tales sustancias se denominan frecuentemente la "materia activa" de tales composiciones. Normalmente una composición detergente líquida debe satisfacer ciertas condiciones en lo que se refiere a su viscosidad y punto de transparencia al objeto de ser aceptable a los usuarios finales. Además es frecuentemente necesario asegurar que una composición detergente líquida altamente concentrada inicial puede diluirse con agua adicional para dar una composición menos concentrada (con relación a su contenido de materia activa) sin que ocurra un cambio inaceptable en su viscosidad. La dificultad que puede derivarse con respecto a esto es que la dilución de composiciones altamente concentradas, que son deseables para manipulación durante su fabricación y transporte, hasta una composición menos concentrada, que tenga una concentración de materia activa que satisfaga los requerimientos de los usuarios últimos, pueda producir una reducción de la viscosidad de la composición tan marcada que la composición diluida no tenga más las características de viscosidad de la concentrada y desde el punto de -



vista del usuario esto puede producir problemas de manipulación y la desventaja de que la composición diluida ya no tenga el aspecto de la concentrada. En particular puede producirse esta dificultad con composiciones detergentes que comprenden un alcohol aril sulfato detergente y uno o más detergentes seleccionados entre los alcoholes (primarios o secundarios) etoxilatos o los etoxi sulfatos detergentes y los alcohol fenol etoxilatos detergentes.

10 Generalmente se ha considerado necesario añadir un solubilizador a aquellas composiciones detergentes de la clase especificada en las cuales hay una concentración apreciable de materia activa; el solubilizador tiene el efecto de volver soluble en agua el contenido de materia activa y homogénea a la composición a aquellas temperaturas que se encuentran normalmente durante el transporte y almacenamiento de las composiciones. Es usual en la técnica especificar un "punto de transparencia" para las composiciones detergentes siendo el punto de transparencia la temperatura más baja a la cual la composición es una solución acuosa en el sentido de que no puede detectarse ninguna precipitación visible de un componente o de componentes de la misma; un punto de transparencia aceptable para las composiciones detergentes a las que se refiere el presente descubrimiento es 5°C (o menos). Solu-
20 bilizadores conocidos son las sales sódicas, potásicas y amónicas de ácidos arilsulfónicos alcohol-sustituídos tales como el ácido tolueno sulfónico y el ácido xileno sulfónico. Desgraciadamente la presencia de un solubilizador tal tiende a agravar las dificultades en relación al des-



censo de viscosidad por dilución puede evitarse incluyendo en la composición detergente una sal inorgánica soluble en agua de un metal divalente o trivalente.

5 De acuerdo con esto, el presente invento se refiere a un procedimiento de preparación de composiciones detergentes en el cual se disuelve en agua uno o más alcohol aril sulfonatos y uno o más etoxilatos de alcoholes primarios o secundarios y/o etoxisulfatos de alcoholes primarios o secundarios y/o etoxilatos de alcohol fenoles, siendo disuelta adicionalmente en el líquido acuoso una sal inorgánica hidrosoluble de un metal di- o trivalente.

10 Las sales metálicas preferidas son los cloruros o sulfatos de, por ejemplo, cobre, zinc, aluminio, calcio, o magnesio. El cloruro de magnesio o el sulfato de magnesio son adecuados en particular. El solubilizador que también está presente, opcionalmente, en la composición detergente, puede ser un derivado de metal alcalino de un ácido alcohol-aril-sulfónico, conteniendo el grupo alcohol de 1 - 4 átomos de carbono, por ejemplo xileno sulfato sódico o un alcohol alifático que tenga 1 a 4 átomos de carbono o un alcohol más bajo, por ejemplo alcohol isopropílico o una mezcla de los mismos.

20 Son detergentes alcohol aril sulfonatos adecuados las sales de metales alcalinos, amonio o aminas de los ácidos alcohol benceno o alcohol naftaleno sulfónicos en los cuales el sustituyente alcoholito contiene preferiblemente de 8 - 16 átomos de carbono y es máxima preferencia un grupo alcoholito lineal p.e. de cadena recta. Los etoxilatos de alcoholes primarios o secundarios preferidos se representan por la fórmula general: $R(OC_2H_4)_nOH$, en la cual R re -

30
25.8.68



5 presenta un grupo alcohol que tiene de 8 - 18 átomos de carbono y n es un número entero comprendido entre 6 - 12. Sin embargo, las composiciones del descubrimiento no se limitan a la presencia de estos compuestos preferidos, pueden usarse también otros alcohol etoxilatos que se derivan de alcoholes con menos de 8 ó menos de 18 átomos de carbono y que contienen menos de 6 ó más de 12 unidades de óxido de etileno condensados. Los alcohol (primario o secundario) etoxisulfatos adecuados pueden representarse por la fórmula general : $R^1-O-(C_2H_4O)_n SO_3M$, en la cual R^1 representa un grupo alcohol que tiene de 8 a 18 átomos de carbono, n es un número entero comprendido entre 2 y 5 y M representa un átomo de metal alcalino, un radical amonio o un radical de amina. El grupo alcohol R^1 puede sin embargo contener alternativamente menos de 8 ó más de 18 átomos de carbono y el número entero puede ser también por encima de 5, es decir 7 ó 8.

20 Los alcohol fenol etoxilatos preferidos son alcohol fenoles de C_6 a C_{16} condensados con de 2 a 5 moles de oxido de etileno.

25 Por regla general una composición detergente preparada de acuerdo con el presente descubrimiento comprende entre el 10 y el 50% del total de materia activa y el contenido del solubilizador opcional puede estar entre 0 y 30 % ó más en peso con respecto al total de materia activa presente en la composición detergente. La cantidad requerida de dicho compuesto cálcico o magnésico se determinará tanto por la naturaleza de la composición detergente a la cual se añade como también por las características de viscosidad dilución que se desean conseguir. Como-



se ha indicado anteriormente, el resultado de añadir una sal cálcica o magnésica p.e. a una composición detergente de la clase descrita es que la viscosidad de la composición resultante decrece más lentamente, y frecuentemente en forma notablemente más lenta, de lo que descendería en ausencia de la sal cálcica o magnésica. En algunos casos una composición tal puede realmente incrementar su viscosidad como consecuencia de la dilución. Puede hallarse fácilmente mediante experimentos que cantidad de sal metálica divalente o trivalente debe añadirse a una composición detergente que contenga una cantidad dada de materia activa total para que las viscosidades de la composición antes y después de la dilución hasta p.e., 50 % del contenido de materia activa de partida antes de la dilución, permanezcan dentro de límites aceptables. Generalmente las cantidades adecuadas están entre el 0,5 y 10% en peso con respecto al peso de la solución, preferiéndose las cantidades comprendidas entre el 1 y el 5 % en peso.

La naturaleza del efecto que se obtiene mediante la adición de tales sales metálicas solubles en agua puede ilustrarse con referencia a los Ejemplos siguiente:

EJEMPLO 1

Se prepararon 4 composiciones detergentes concentradas de (1) un alcohol benceno sulfato sódico C₈-C13 y (2) un componente detergente como se describe aquí a continuación. Cada composición, que contenía un 30 % de materia activa (M.A.) se preparó por duplicado y a una de cada par se añadió sulfato magnésico en las cantidades especificadas (con respecto a la materia activa) para dar 4 composiciones (A) que no contenía ninguna sal añadida y 4 composiciones (B) que contenían sulfato de magnesio. Tres

30
25.8.68



de las composiciones contenían también xileno sulfato sódico como sulubilizador, en las cantidades que se especifican y una de estas composiciones contenía también alcohol isopropílico; estando los porcentajes en peso especificados para estos aditivos referidos también a la materia activa.

Se determinaron los puntos de transparencia de cada una de las composiciones (B) y se determinaron las viscosidades (en centistokes a 20 °C) de cada una de las composiciones A y B tanto antes como después de la dilución con agua a un 15% de materia activa (15 % M.A.) Los resultados se indican en la tabla I.

TABLA I

Mezcla	Componentes	Punto de transparencia	Viscosidad	Viscosidades
			de composición A	de composiciones B
I	Alcohol benceno sulfonato C ₈ -C ₁₃ (70% en peso), etóxilato de alcohol C ₁₁ con 8 moles de óxido de etileno (30% en peso)	1 °C	460 (30 % M.A.) 7 (15% M.A)	Con 4 % en peso de M ₂ SO ₄ 8 190 (30% M.A.) 85 (15% M.A.)
II	Alcohol benceno sulfonato C ₈ -C ₁₃ (80 % en peso), etóxilato de alcohol C ₁₂ -C ₁₅ con 9 moles de óxido de etileno (20% en peso)	0 °C	con 8% de xileno sulfonato sódico	Con 8% en peso de xileno sulfonato sódico y 10% en peso de M ₂ SO ₄ 230 (30% M.A.) 96 (15% M.A.)
III	Alcohol benceno sulfonato C ₈ -C ₁₃ (80% en peso), sal sódica de un etoxisulfato de alcohol C ₁₂ -C ₁₅ con 4 moles de óxido de etileno (20% en peso)	0 °C	con 7% en peso de xileno sulfonato sódico y 7% de alcohol isopropílico.	con 7% en peso de xileno sulfonato sódico, 7% en peso de alcohol isopropílico y 6% en peso de M ₂ SO ₄ 80 (30% M.A.) 35 (15% M.A.)



IV	Alcohol benceno sul fonato C ₈ -C ₁₃ (70% en peso de etoxilato de fenol alcohol C ₈ - con 11 moles de 8xi do de etileno (30% - en peso)	20°C	con 5% en peso de - xileno sul fonato só- dico 350 (30% M.A.) 20 (15% M.A.)	con 5% en peso de xileno sul- fonato sódico y 4% en peso de M SO ₄ 200 (30% M.A.) 100 (15% M.A.)
----	--	------	---	---

5

La marcada diferencia en el descenso de viscosidad por dilución registrada en relación con las composiciones A ilustra el efecto de la adición de una sal de magnesio de acuerdo con el presente descubrimiento.

EJEMPLO II

10

Se prepararon 3 composiciones detergentes concentradas a partir de los componentes detergentes específicos en la Tabla II. Todos los concentrados contenían xileno - sulfonato sódico como solubilizador y uno de éstos contenía también alcohol isopropílico. Se añadieron a los concentrados varias sales metálicas en las cantidades que se especifican en la Tabla II.

15

20

La tabla II informa de los resultados de experimentos llevados a cabo para encontrar el descenso de la viscosidad por dilución de los concentrados que contenían sales metálicas añadidas (composiciones B) y por comparación también de concentrados que no contenían ninguna sal metálica añadida (composiciones A). Todos los porcentajes en peso dados en la tabla II se expresan como porcentajes en peso con respecto a la materia activa. Las viscosidades están en centi-stokes a 20 °C.

25



Mezcla	Componentes	Punto de transparencia.	Viscosidades de composiciones	
			A	B
5	V Alcohilo C ₈ -C ₁₃ benceno sulfonato (70% en peso etoxil sulfato de alcohol C ₁₂ -C ₁₅ con 3 moles de óxido de etileno (30% en peso)	2 °C	Con 7% en peso de xileno sulfonato de sodio y 7% en peso de alcohol isopropílico.	con 7% en peso de xileno sulfonato de sodio 7% en peso de alcohol isopropílico y 6% en peso de ZnSO ₄
10			378 (30%M.A) 14 (15% M.A)	371 (30%MA) 31,4 (15% M.A.)
15	VI alcohilo C ₈ -C ₁₃ benceno sulfonato (80% en peso) etoxi sulfato de alcohol C ₁₁ con 3 moles de óxido de etileno (20% en peso)	2 °C	con 10% en peso de xileno sulfonato de sodio 17 (20% M.A.) 1 (10% M.A.)	con 10% en peso de xileno sulfonato de sodio 8% en peso de MgCl ₂ 461 (20% M.A.) 28 (10%M.A)
20	VII Alcohilo C ₈ -C ₁₃ benceno sulfonato (70% en peso) etoxi sulfato de alcohol de coco con 3,5 moles de óxido de etileno (20% en peso)	0 °C	con 20% en peso de xileno sulfonato de sodio 168 (30%M.A) 18 (15%M.A)	con 20% en peso de xileno sulfonato de sodio y 4% en peso de Al ₂ (SO ₄) ₃ 318 (30% M.A) 174 (15% M.A)

25 Esta solicitud que corresponde a la presentada en Gran Bretaña, el día 25 de Agosto de 1967, bajo el nº 39224/67 se acoge a los beneficios del artículo 51 - del vigente Estatuto sobre la Propiedad Industrial.



- N O T A -

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sea objeto de esta solicitud de patente de invención en España por VEINTE años son los siguientes:

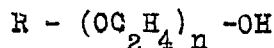
1.- Un procedimiento para preparar una composición detergente en el cual se disuelve en agua uno o más alcohol aril sulfonatos y uno o más etoxilatos de alcoholes primarios o secundarios y/o etoxilatos de alcohol fenoles siendo disuelta adicionalmente en el líquido acuoso una sal inorgánica hidrosoluble de un metal di- o trivalente.

2.- Un procedimiento según la reivindicación 1, en el cual la sal metálica es un cloruro o un sulfato.

3.- Un procedimiento según las reivindicaciones 1 ó 2, en el cual la sal metálica es una sal de magnesio.

4.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el cual el alcohol aril sulfonato es un alcohol benceno sulfonato en el que el grupo alcoholilo contiene de 8 a 16 átomos de carbono.

5.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que la solución acuosa contiene un detergente de fórmula.

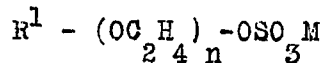


en la cual R representa un grupo alcoholilo con un número de átomos de carbono comprendido entre 8 y 18 y n es un número entero comprendido entre 6 y 12.



6

6.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4 en el que la solución acuosa contiene un detergente que tiene la fórmula general



5 en la cual R¹ es un grupo alcoholilo que tiene de 8 - 18 átomos de carbono, n es un número entero entre 2 y 5 y M representa un átomo de metal alcalino, un radical amonio o un grupo amino.

10 7.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6 en el que la materia activa total se añade en tal cantidad que esté presente en la solución acuosa final en una proporción comprendida entre el 10 y el 50% en peso con respecto al peso de la solución.

15 8.- Un procedimiento según la reivindicación 7 en el cual la materia activa se añade en tal cantidad que en la solución final esté presente en una proporción de - al menos el 20% en peso.

20 9.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 - 8, en el que la concentración de la sal metálica inorgánica es añadida en tal cantidad que - esté presente en la solución final en una proporción entre el 0,5 y el 10% en peso con respecto al peso de la solución.

25 10.- Un procedimiento según la reivindicación 9, en el que la sal metálica inorgánica es añadida en tal cantidad que esté presente en la solución final en una proporción entre el 1 u el 5% en peso.



11.- Un procedimiento para preparar una composición detergente.

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

Esta Memoria consta de doce hojas escritas a máquina por una sólo de sus caras.

Madrid, 6 SEP. 1968

Alberto de Echeburu
Alberto de Echeburu

25.8.68
MMC.-