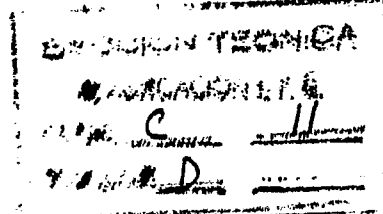


356779

P.- 39.096

Italian Appln.
Nº 38581/67



Memoria descriptiva



13 802 320

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de COLGATE-PALMOLIVE COMPANY

entidad / de nacionalidad norteamericana

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

por: "UN PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCIÓN DE UNA BARRA
DETERGENTE PARA LAVAR" (Clase Internacional C11d)



Esta invención se refiere a barras detergentes para lavar que contienen detergentes sintéticos, Las barras de este tipo generalmente contienen una cantidad relativamente grande de sal mejoradora de detergencia (preferiblemente tripolifosfato pentasódico) y usualmente son algo toscas al tacto. Esta rudeza o tacto indeseable es observada durante su uso en el lavado.

5

De acuerdo con un aspecto de esta invención, se ha descubierto un método para hacer barras detergentes para lavar las cuáles son mucho más suaves al tacto y tiene, en general, una apariencia superior cuando se comparan con las barras de detergente sintético para lavar de la técnica anterior.

10

En una forma preferida de esta invención se forma una mezcla de un detergente orgánico acuoso y una solución acuosa de silicato sódico. Entonces se incorpora a esta mezcla de detergente, silicato sódico y agua, tripolifosfato pentasódico anhidro, en su forma usual en polvo, y se mezclan entonces a fondo. La mezcla resultante es entonces extruída en forma de una varilla, la cual es cortada en barras o panes individuales de detergente para lavar y prensada si se desea.

15

20

El nuevo procedimiento hace posible producir una barra muy suave teniendo una estructura altamente uniforme (mostrando bajo un exámen en el microscopio finos cristales bien dispersados), mediante el uso de un equipo simple y convencional (por ejemplo un amalgamador, un mezclador de cuchillas en signa o un mezclador que tenga barras interpenetrantes que giran en sentido contrario, una amasadora y un batidor). El procedimiento también hace posible el obtener una barra de detergente reforzado altamente uni-

25

30



5 forme y suave la cuál, a pesar de que contiene una proporción sustancial de agua "libre" (es decir, agua en exceso de la cantidad requerida para la hidratación de todas las sales hidratables presentes en la mezcla), es suficientemente dura para ser cortada inmediatamente después de la extrusión.

10 Las barras de la invención desarrollan una suavidad especial cuando son bien mojadas y tienden a deslizarse por las manos durante el lavado similarmente a las barras de jabón de tocador. En contraste las barras de lavar de la técnica anterior mantenían una sensación al tacto de arenosidad aún durante el lavado. Típicamente las barras presentes no solo son todo lo sustancialmente homogéneas que es posible sino que exhiben una estructura microscópica única como resultado de la integración de la fórmula y el procedimiento. Estas barras tienen una matriz microcristalina sustancialmente libre de cristales de la sal mejoradora de detergencia de más de alrededor de 40 micrones de diámetro que tienden a producir aspereza en la barra y la matriz rinde una superficie de la barra la cual es suave durante el lavado.

25 Fotomicrografías de la barra con suavidad excelente muestran una matriz microcristalina que generalmente no tiene cristales ni otras partículas con bordes agudamente definidos, de un tamaño superior a 40 micrones, más particularmente no superior a 30 micrones de largo y preferiblemente no más de 20 micrones. En algunas barras excelentes con suavidad óptima puede haber una partícula ocasional significativamente mayor, por ejemplo, de 60 micrones, pero la incidencia de tales cristales es muy baja. Por ejem-

30



5 plo hay usualmente un promedio de menos de uno de estos
cristales por 5 a 10 milímetros cuadrados, y preferible-
mente no más que uno o dos de tales cristales por centí-
metro cuadrado, cuando ello ocurre. Cuando está presente
el almidón como en una de las formas preferidas de esta
invención, los gránulos del mismo aparecen pequeños, cla-
ros y en forma de disco, estando cada uno rodeado de la ma-
trix microcristalina. En general las partículas de la ma-
trix son más pequeñas que las partículas de almidón las
10 cuales son del orden de 10 a 20 micrones en diámetro. La
matriz microcristalina parece ser cohesiva debido a que en
los bordes delgados de una rebanada se pueden observar agu-
jeros, con un aumento de 1000 veces, de los cuales se han
desalojado los gránulos de almidón.

15 En las barras que tienen una suavidad en el uso
y son marcadamente superiores a las barras de lavar comer-
ciales asperas, la matriz está también sustancialmente li-
bre de cristales de la sal mejoradora de detergencia de más
de alrededor de 40 micrones. El tamaño y frecuencia de los
20 cristales más grandes puede ser aumentado hasta cierto pun-
to. En general puede haber un promedio de hasta alrededor
de 2 cristales de 60 micrones o más por milímetro cuadra-
do, lo cuál cubre un área de alrededor de 0,3 a 0,4 por
ciento máximo del área de la superficie. Un cristal ocasio-
25 nal puede llegar hasta un máximo de alrededor de 100 micro-
nes pero esto es raro. Estas observaciones pueden ser he-
chas con un aumento de 50 veces en un microscopio. Muestras
típicas de barras ásperas tenían un número importante de
cristales de 60 a 200 micrones y variaban en el promedio
30 de tamaño y frecuencia como sigue: la muestra A tenía 8 de



tales cristales por milímetro cuadrado, cubriendo un área de alrededor del 4%; la muestra B tenía 6 de tales cristales cubriendo un área del 8%; y la muestra C tenía 24 de tales cristales que cubrían un área del 4%, determinado bajo las mismas condiciones. En comparación estas barras tenían alrededor de 3 a 12 veces el número de cristales de alrededor de 60 micrones o más y tales cristales cubrían un área de alrededor de 10 a 20 veces mayor que la barra de buena suavidad. Esta microestructura de la barra puede ser ilustrada por cualquier método apropiado. Un método apropiado es cortar una rebanada fina de la barra de alrededor de 5 a 25 micrones de espesor con una cuchilla de afeitar y colocar la rebanada en el portaobjetos de un microscopio de investigaciones de manera que pueda ser vista por la luz transmitida a través de un plano de la muestra. Entonces colóquese una gota de un medio de inmersión líquido apropiado tal como un aceite de inmersión de un índice de refracción de 1,5 sobre la rebanada y déjese que el líquido llene las cavidades de la rebanada y que escape una proporción sustancial de burbujas de aire. La rebanada es observada con un aumento de 50 a 500 veces según se desee, y puede ser fotografiada para su observación fácil por un observador adiestrado si se desea.

Esta suavidad característica puede ser lograda por varias modificaciones como se ilustra en los ejemplos, con la condición de que las variaciones en las fórmulas sean integradas con el orden de adición y los pasos del procedimiento. Por lo tanto consideraciones especiales son aplicables de manera que se asegure un control máximo de la cristalización y dispersión general en la masa, suficien-



te para lograr la suavidad deseada. El procedimiento debe ser llevado a cabo de manera que se forme una mezcla fluida o plástica conteniendo agua y detergente, añadiendo sales mejoradoras de detergencia en forma de partículas mientras se mantiene una fluidez o plasticidad suficiente durante el mezclado para dispersas finamente las sales mejoradoras de detergencia e inhibir el crecimiento de los cristales, y formando la mezcla en una barra que tiene una matriz microcristalina como se ha descrito. En los siguientes ejemplos todas las barras tenían la matriz deseada. Son preparadas con una suavidad excelente cuando las condiciones son cuidadosamente controladas y con una suavidad de buena a excelente aún en operaciones del tipo comercial en gran escala.

En varios ejemplos puede notarse que parte del carbonato de sodio es disuelto en el agua en el primer paso para formar una solución sustancialmente saturada. Generalmente a la cantidad no es suficiente para una neutralización completa, pero el carbonato debe ser mantenido en una suspensión o solución estable para evitar los grumos o terrones y la consiguiente cristalización de partículas grandes duras. Después se añade el ácido sulfónico al mismo tiempo más o menos que el resto del carbonato. Si se omite el silicato también se pueden obtener barras suaves por este procedimiento, pero generalmente el contenido de agua puede ser aumentado para compensar el agua de la solución de silicato, con aumento en el contenido de detergente para lograr una masa plástica similar que forme una barra de una suavidad deseada. El tripolifosfato debe también estar en una forma finamente dividida con una proporción



de adición que depende del poder mezclador suficiente para lograr una dispersión adecuada y evitar una hidratación rápida con la formación de cristales grandes y duros en la matriz.

5 En los procedimientos más preferidos desarrolla-
dos hasta ahora la mezcla de detergente y agua es una ma-
sa pastosa y espesa producida mezclando un ácido alquilo-
benceno sulfónico y un agente neutralizante del mismo (por
ejemplo carbonato de sodio o hidróxido de sodio) con agua,
10 de manera que se obtenga un detergente de alquilobenceno-
sulfonato sódico hinchado a fondo. El silicato sódico es
añadido, como una solución coloidal, líquida, acuosa, a
esta masa. Silicatos sódicos, líquidos, acuosos, teniendo
una proporción relativamente alta de $\text{Na}_2\text{O}; \text{SiO}_2$ (por ejem-
15 plo una proporción en peso de $\text{Na}_2\text{O}:\text{SiO}_2$ por arriba de
1:2,5, tal como una proporción de 1:2 ó 1:1,9, 1:1,8 ó
1:1,5) son los más preferidos. Estos generalmente tienen
un efecto de diluir o adelgazar la mezcla. Después de ésto
se agrega el tripolifosfato pentasódico en polvo, preferi-
20 blemente después que la mezcla ha sido espesada por adi-
ción de almidón o de cualquier otro agente aglomerante su-
plementario apropiado, tal como la carboximetilcelulosa de
sodio, el cual es usualmente también suministrado en forma
de polvo. Las partículas de almidón parece que empapan cual-
25 quier líquido que es visible antes de la adición del al-
midón, y la mezcla se vuelve bastante pastosa antes de aña-
dir el polvo de tripolifosfato. El tripolifosfato pentasó-
dico no necesita ser el único mejorador de detergencia;
barras muy buenas han sido hechas usando una mezcla de car-
30 bonato sódico anhidro y el polifosfato en una proporción



de por ejemplo alrededor de 2:1.

Aunque las razones para los efectos obtenidos en el procedimiento no son bien entendidas, se cree que los silicatos líquidos pueden tender a fijar el agua en una forma coloidal, controlar la cristalización e hidratación de las sales mejoradoras de detergencia y ayudar a evitar la indeseable aglomeración o aumento de los cristales. Los silicatos pueden también tender, cuando se agregan como se describe aquí, a aumentar la dureza del material aglomerando las sales mejoradoras de detergencia finamente divididas y disminuyendo por lo tanto el contraste entre la dureza del material aglomerante y la dureza de los cristales. La acción de los silicatos líquidos coloidales, como son usados aquí, es distinta que la de otros ingredientes que mejoran la suavidad de la barra recientemente extruida; por ejemplo, las alquilolamidas tienen este efecto pero en realidad le dan a la barra un tacto aspero durante el uso. En contraste el uso de esta invención hace posible el producir barras que son suaves antes, durante y después del uso, y que son mucho menos abrasivas sobre los textiles que están siendo lavados (como se muestra en las pruebas de abrasión sobre los textiles tejidos de algodón), dándole más larga vida a los tejidos lavados.

Esta invención también hace posible el producir barras detergentes para lavar, suaves y enteramente satisfactorias, de una densidad apreciablemente más baja que la de las barras de lavar convencionales de detergentes. Por ejemplo, para las barras hechas amasando y batiendo formulaciones que tienen una relación dada del total de sal mejoradora de detergencia a detergente, el uso del nuevo pro-



cedimiento da una buena barra con una densidad de alrededor de alrededor de 10-15% menor que la obtenida en el procedimiento convencional (por ejemplo una densidad de alrededor de 1,45 hasta alrededor de 1,65). Esta ventaja se conserva aún cuando el paso de batición, en ambos casos, es modificado para ocluir o atrapar aire en la barra; ahí el uso del nuevo procedimiento puede rendir una barra de una densidad de alrededor de 1,25 en comparación con alrededor de 1,35 para un procedimiento por lo demás similar, en el cual los rasgos de la presente invención no son usados. Por lo tanto por el nuevo procedimiento se puede hacer una barra grande (la cual es obviamente más deseable en el lavado a mano) de una cantidad dada de detergente y sal mejoradora de detergencia.

Se cree que las barras comprenden una matriz de una mezcla del detergente sintético, silicato sódico y agua, conteniendo dicha matriz cristales finos dispersados de una sal mejoradora de detergencia la cual ha sido hidratada in situ, y preferiblemente, gránulos de almidón hinchados con agua. Las proporciones de agua y silicato sódico en la matriz pueden estar bien por arriba de las proporciones correspondientes en las barras de detergente sintético para lavar convencionales.

Los siguientes ejemplos son dados para ilustrar esta invención aun más. En estos ejemplos, así como en el resto de la memoria todas las proporciones son por peso a no ser que se indique lo contrario.

EJEMPLO I

Se agregan 2,0 kg de agua a alrededor de 60°C a un amalgamador pequeño (del tipo inclinable o volcable



usado convencionalmente en la fabricación de jabón, y que comprende un recipiente y una cuchilla mezcladora rotativa cuya superficie de afuera se mueve en estrecha proximidad a las paredes internas del recipiente.) La rotación de la

5 cuchilla mezcladora es comenzada entonces y se continua hasta que la mezcla es sacada fuera del amalgamador. Entonces se agregan 0,60 kg. de carbonato sódico anhidro y se disuelve en el agua, después de lo cual se añade una "capa superior" convencional de ácido alquinobenceno sulfónico (conteniendo 86,9% de ácido tridecilobenceno sulfónico de cadena ramificada, 8,5% de H_2SO_4 , alrededor de 3% de agua y como de 1a-1 1/2% de subproductos de sulfonación)) en porciones alternando con porciones adicionales de carbonato sódico. La cantidad total de la capa superior de ácido usada

10 es de 4,6 kg. y la cantidad total de carbonato sódico (incluyendo el 0,6 kg inicial) es de 2,16 kg. Durante el mezclado de la reacción del carbonato y el ácido de una masa esponjosa debido a la liberación de CO_2 el cual a su vez reacciona con el exceso de carbonato presente para producir

15 bicarbonato de sodio. Después de que no se aprecia más desprendimiento de CO_2 la mezcla está a una temperatura de alrededor de 65°C. Entonces se agregan 3,8 kg. de silicato sódico acuoso líquido (conteniendo 36,8% de sólidos de silicato, teniendo una proporción de $Na_2O/SiO_2,04$) junto con

20 perfume convencional (0,04 Kg.), y se mezclan a fondo con la masa en el amalgamador. En este momento la mezcla es menos viscosa que lo que fuera antes de la adición del silicato de sodio acuoso. Un cálculo de la composición de la mezcla sobre la base de las cantidades de ingredientes incluidos

25 hasta esta etapa indica lo siguiente: alrededor de 33% de

30

6.9.68



alquilo benceno sulfonato sódico, alrededor de 0,4-0,5% de Na_2CO_3 , alrededor de 4,4% de Na_2SO_4 , alrededor de 12,9% de NaHCO_3 , alrededor de 10,8% de sólidos de silicato de sodio compuesto por alrededor de 7,1-7,2% SiO_2 , y alrededor de 3,7% Na_2O) y alrededor de 37,6% de agua. Entonces se agregan 2,4 kg. de almidón de maiz; como resultado la masa se vuelve más viscosa y tiende a romperse o desganarse durante el mezclado. Entonces se agregan 4,6 kg. de tripolifosfato pentasódico anhidro en polvo (teniendo un contenido relativamente alto de la Fase I $\bar{\Delta}$ alrededor de 28% de Fase I, conocida también como "forma I" $\bar{\Delta}$ y teniendo alrededor de 0,25% de humedad) y 0,3 kg. de agua, y se continua el mezclado durante alrededor de 2 ó 3 minutos. La mezcla resultante (teniendo una temperatura de alrededor de 58°C. y una consistencia similar a la de una papilla bastante espesa es echada (y raspada) del amalgamador y alimentada gradualmente a una amasadora de jabón de 3 rodillos, que tiene sus rodillos enfriados internamente con agua suministrada a 18°C. El espacio entre el primero y segundo rodillo de la amasadora es de alrededor de 0,10 mm. mientras que el espacio entre el segundo y último rodillo es de alrededor de 0,05 mm. El material emerge de la amasadora en forma de cinta y estas cintas son alimentadas a un batidor con camisa enfriada por agua del tipo convencional que funciona con su matriz de extrusión a 40-50°C., rindiendo una barra extruída que tiene una temperatura de 32°C. y un índice de dureza de 60 medido en un comprobador de dureza Green (suministrado por la Harry W. Dietert Co., Detroit, Michigan, E.U.A.). La barra puede ser cortada suavemente en una forma convencional para rendir barras de lavar individuales



Las barras son muy suaves y contienen uniformemente distribuidas cristales muy finamente divididos de las sales mejoradoras de detergencia. El producto tiene un contenido de alquilobenceno sulfonato de alrededor de 21,4%, un contenido de P₂O₅ de alrededor de 13,3%, un contenido de sulfonato de sodio de alrededor del 7% de 2,9%, un contenido de silicato de sodio de alrededor del 7%. Contiene no más que alrededor del 8% de bicarbonato de sodio y no más que alrededor del 5% de carbonato de sodio. Su contenido de agua está apreciablemente en exceso del agua de hidratación de las sales contenidas en el mismo. No se cree que ocurra una pérdida substancial de agua debido a la evaporación durante el procedimiento como es descrito en estos ejemplos, y el contenido real de agua de las barras es por lo tanto substancialmente el mismo que la cantidad que puede ser calculada de los detalles suministrados ahí.

EJEMPLO II

Se usa el procedimiento del Ejemplo I con los siguientes ingredientes añadidos en el orden dado:

202	(a)	agua	10,2
		carbonato sódico anhidro	12,3
		ácido de la capa superior (87% ácido tridecilobenceno sulfónico)	23,5
		solución de silicato sódico (Na ₂ O/SiO ₂ , 1/1,94; 38% sólidos)	19,0
25		Almidón de maiz	12,0
		Tripolifosfato sódico (como en el Ejemplo I)	23,0
	(b)	agua	6,35
		sosa cáustica acuosa (49% NaOH)	6,90
		ácido tridecilobenceno sulfónico	26,06
30		solución de silicato de sodio (38,7% sólidos)	19,20

6.9.68



	Almidón de maiz	14,74
	tripolifosfato de sodio (como en el Ejemplo I)	26,75
(c)	Agua	9,88
	carbonato sódico anhidro	11,57
5	ácido de la capa superior (como en el Ej. I)	24,87
	solución de silicato sódico (39% de sólidos)	16,19
	almidón de maiz	5,78
	carbonato sódico anhidro (sirviendo como una sal mejorada de detergencia)	20,24
10	tripolifosfato sódico (como en el Ej. I)	11,57

La barra del Ejemplo 2 (a) tiene un contenido de I.A. (con-
tenido de ingrediente detergente activo) de alrededor de
21,7%, un contenido de P_2O_5 de alrededor de 13,3% y un con-
tenido de Na_2SO_4 de alrededor de 2,7%. La barra del Ejemplo
15 2 (b) tiene un contenido de I.A. de alrededor de 26,6%, un
contenido de P_2O_5 de alrededor de 15,4% y un contenido de
 Na_2SO_4 de 0,72%. Para el Ejemplo 2 (c) el contenido de I.
A. es de alrededor 23%.

Cálculos de las composiciones de las mezclas con
20 anterioridad a la adición del almidón de maiz, sobre la ba-
se de los ingredientes incluidos hasta ese momento, indican
lo siguiente: Para el II (a) alrededor de 33-1/2% de alqui-
lobenceno sulfonato sódico, alrededor de 2,4% de Na_2CO_3 ,
alrededor de 4,4-4,5% de Na_2SO_4 , alrededor de 13,1% de Na
25 HCO_3 , alrededor de 11,1% de sólidos de silicato sódico (com-
puesto de alrededor de 3,8% de SiO_2 y alrededor de 7,3% de
 Na_2O) y alrededor de 35% de agua. Para el II (b) alrededor
de 45-1/2% de alquilo benceno sulfonato sódico, alrededor
de 1,3% de Na_2SO_4 , alrededor de 12,7 de sólidos de silica-
30 to sódico compuesto de alrededor de 4,3% de SiO_2 y alrededor



de 8,4% de Na_2O) y 40% de agua. Para el II(c) alrededor de 36,9% de alquilo benceno sulfonato sódico, alrededor de 0,3-0,4% Na_2CO_3 , alrededor de 4,9% de Na_2SO_4 , alrededor de 14,4% de NaHCO_3 , alrededor de 10,1% de sólidos de silicato sódico compuesto de alrededor de 3,4% de SiO_2 y alrededor de 6,7% de Na_2O) y alrededor de 32,8% de agua.

EJEMPLO III

Se repite el Ejemplo II(a) excepto que en lugar del ácido de la capa superior y de carbonato sódico anhidro se emplea una mezcla detergente preneutralizada finamente dividida, secada por atomización, (conteniendo 75% de tridecilo benceno sulfonato sódico de cadena ramificada, 10% de sólidos de silicato sódico, 13% de sulfato sódico y 2% de agua) en una cantidad suficiente para dar substancialmente la misma proporción de detergente en la barra como en el Ejemplo II (a), siendo ajustada similarmente la cantidad de agua añadida a la fórmula. El agua y la solución acuosa de silicato sódico son primeramente mezcladas para formar una solución diluida de silicato sódico, y el detergente secado por atomización es entonces añadido y mezclado hasta que se ha dispersado a fondo, para formar una mezcla viscosa relativamente homogénea, antes de que se agreguen del almidón de maíz y el tripolifosfato sódico.

En los Ejemplos dados arriba la proporción de silicato sódico con la barra está dentro de un margen preferido de por arriba del 3% (por ejemplo dentro del margen de 4 a 12%) la proporción total de agua es una cantidad apropiada dentro del margen de alrededor del 5 al 25%, usualmente por lo menos al 10% y preferiblemente alrededor del 14 al 25% y una proporción substancial de esta agua (por



ejemplo alrededor de $1/3$ ó $1/2$) está en un estado "libre" (es decir, no combinada como agua hidratación); en la mezcla de agua, detergente y silicato sódico, con anterioridad a la adición de otros ingredientes, estos tres componentes están presentes en las proporciones de aproximadamente 1 parte de detergente sintético, 1 parte de agua y $1/4$ a $1/3$ parte de silicato sódico (sólidos); por ejemplo antes de que se añada el almidón, el contenido de detergente de la mezcla está en la margen de alrededor de 30-50%, el contenido de agua es de por lo menos alrededor del 15% y preferiblemente está en el margen de alrededor de 30-40% y el contenido de silicato sódico está en el margen de alrededor de 10-13%. En los ejemplos dados arriba de detergente está en un estado plastificado con agua, cremoso o pastoso; en los Ejemplos I y II este resultado es obtenido en la forma preferida, la cual da los mejores resultados llevando a cabo la neutralización in situ de manera, que el agua originalmente presente y el agua de neutralización plastifiquen al detergente, mientras que el Ejemplo III se obtiene mezclando a fondo el detergente previamente neutralizado y secado con la solución acuosa de silicato sódico. Se puede también usar un polvo seco preformado, preparados secando por atomización una mezcla del detergente neutralizado, agua y silicato sódico disuelto; este polvo puede entonces ser mezclado con agua en una manera tal como para plastificar y dispersar el detergente y disolver a fondo el silicato sódico (probablemente como una solución coloidal), y entonces ser agregado al amalgamador, después de lo cual, los otros ingredientes de la barra pueden ser añadidos en la forma descrita en los ejemplos dados arriba.



EJEMPLO IV

Los procedimientos de mezclado los cuales son llevados a cabo en un amalgamador en los Ejemplos II(a) y II (B) son repetidos usando las mismas proporciones relativas de materiales pero a mayor escala, de manera que el peso total de la mezcla final en cada caso sea de 180 kg. Después de que los ingredientes han sido mezclados en un amalgamador (de un tamaño correspondiente mayor que el usado en el Ejemplo II), la mezcla es dejada descansar alrededor de 1/2 hora o más; durante este periodo la mezcla se endurece notablemente y se vuelve más fácilmente amasable. La mezcla envejecida es entonces amasada en una amasadora convencional para jabon Lehmann, de 5 rodillos, y es extruída como una barra continua de una sección transversal rectangular de 2,5 cm. X 6,3 cm. desde un batidor al vacío, de dos etapas, convencional. La barra que emerge desde el batidor tiene una temperatura de alrededor de 30°C. y una "penetrabilidad" en el margende alrededor de 190-235 y puede ser cortada con suavidad en barras individuales inmediatamente después de la extrusión. Dejadas descansar durante la noche las barras se endurecen substancialmente. La barra hecha de acuerdo con este Ejemplo, usando la misma formulación que en el Ejemplo II(a), se endurece hasta una "penetrabilidad" de menos de 50 en menos de dos horas después del batido.

EJEMPLO V

El procedimiento de mezclado del Ejemplo II(e) es repetido, usando las mismas proporciones relativas de material pero a mayor escala de manera que el peso total de la mezcla final es de 23 kg. El mezclado es efectuado



83 SEP

5 en un mezclador Read discontinuo (un mezclador con dos ejes
paralelos que giran en sentido contrario, montados lado a
lado, con una cuchillas sigma interpenetrantes cuyas super-
ficies exteriores se mueven en estrecha proximidad a las
paredes del mezclador, teniendo el fondo del mezclador una
forma doblemente arqueada conforme a la trayectoria de las
superficies exteriores de las cuchillas. A la conclusión
del procedimiento de mezclado la mezcla tiene poco pegajo-
sidad o casi ninguna, y se desprende de las cuchillas mez-
cladoras muy limpiamente. La mezcla es amasada directamen-
te sin un periodo substancial de envejecimiento, en una ama-
sadora de jabón Lehman, de 5 rodillos, y se encuentra que
puede ser fácilmente amasada. Es entonces extruida como en
el Ejemplo IV. La barra acabada de extruir que tiene una
temperatura de alrededor de 30°C, es fácilmente cortable,
su "penetrabilidad" es de alrededor de 190-200. Después de
2 horas de envejecimiento al aire a la temperatura ambien-
te, la "penetrabilidad" está por debajo de 50, el cual es
un nivel que permite el prensado y envoltura en una máqui-
naria automática convencional.

20 EJEMPLO VI

Se repite el Ejemplo I excepto que las cantidades
usadas son aumentadas de manera que el peso total de la mez-
cla final es de 200 kg. El mezclador usado para mezclar los
25 ingredientes con anterioridad al amasado es del tipo de ras-
trillos interpenetrantes de giro opuesto. Este dispositivo,
el cual ejerce una buena acción de mezclado aún durante los
primeros pasos, cuando la masa es relativamente fluída, está
constituido por una envolvente cilindrica inclinable que
30 tiene su eje horizontal, un árbol propulsado de eje horizon-



1528

tal capaz de girar, que tiene una clavijas o dientes espaciadas axialmente que se extienden hacia afuera en direcciones radiales diferentes desde dicho árbol y un armazón propulsado montada de manera que gire alrededor del eje de la envolvente y dotada de clavijas que se extienden radialmente desde la armazón hacia el árbol. El árbol y la armazón están para propulsadas que giren en direcciones contrarias de manera que sus clavijas penetran más entre otras durante tal rotación contraria. La porción horizontal de la armazón, en la cual están montadas las clavijas que se extienden radialmente hacia afuera, está en una posición cercana a las paredes de la envolvente. En el dispositivo particular usado en este Ejemplo las clavijas del árbol se extienden hacia afuera alrededor de $3/4$ de la distancia entre el árbol y la armazón, mientras que las clavijas de la armazón se extienden hacia adentro un poco más de $1/4$ de dicha distancia y están localizadas, axialmente, entre las clavijas del árbol. La envolvente cilíndrica está abierta en su parte superior para permitir la introducción de los ingredientes y está en forma montada, inclinable sobre su eje de manera que la mezcla pueda ser echada a través de la misma abertura. La mezcla entonces pasa a través de una amasadora de jabón de 5 rodillos y de un batidor al vacío de tambores gemelos, emergiendo desde el último como una barra o varilla a una temperatura de alrededor de 40°C . La varilla extruida de una sección transversal rectangular de 3,5 cm. x 5,7 cm. es cortada en barras o panes individuales de detergente, continuamente, inmediatamente después de la extrusión (usando un cortador Mazzoni TCI/OR);

30 Como puede verse en los Ejemplos anteriores, el

6.9.68



procedimiento de esta invención rinde barras que sonduras
a pesar de su alto contenido de agua libre. En una prueba
en que el contenido de agua de uno de los ejemplos es re-
ducido substancialmente se requirió un gran aumento en la
5 fuerza motriz suministrada a la amasadora.

La "penetrabilidad" mencionada arriba puede ser
medida por el método D-5 de la American Society of Testing
Materials (ASTM) Vol. de 1964 de ASTM. Standatds, parte II,
pag. 4) pero usando un peso adicional de 100 gramos (dema-
10 nera que el peso total es 150 gramos, incluyendo el peso
del conjunto del huso y usando un tiempo de penetración
de 15 segundos. Puede ser usado un Penetrómetro con "Ajuste
Micrómetrico" teniendo divisiones de 1,10 mm en su esca-
la (de manera que una lectura de 250" significa una penetra-
15 ción de 5 mm.&). hecho por la Krebs Electric Manufacturing
Co., New York City.

Es a menudo deseable el permitir que la mezcla
envejezca (por ejemplo 1/2 hora(con anterioridad al amasa-
do para así mejorar sus características de amasado. Las ca-
20 racterísticas de amasado también pueden mejorarse, sin el
envejecimiento, enfriando la mezcla (por ejemplo a una tem-
peratura por debajo de 40°C.) con anterioridad al amasado.
Esto puede hacerse prontamente pasando la mezcla a través
de un dispositivo de extrusión enfriado y provisto de cami-
25 sa. Por lo tanto la mezcla puede ser pasada a través de un
pre-batidor con camisa (el cual es un dispositivo de extru-
sión de tornillo bien conocido que tiene un barril relati-
vamente corto provisto de camisa de agua) desde el cual la
mezcla es extruída como una serie de hebras paralelas rela-
30 tivamente finas que pueden ser entregadas directamente a la



amasadora sin un envejecimiento importante. Las caracteris-
ticas de amasado de la mezcla también pueden ser mejoradas
aumentando el contenido de sal hidratable mejorada de deter-
gencia de la mezcla, especialmente incluyendo carbonato só-
5 dico anhidro (por ejemplo en una cantidad de alrededor del
2-5% de la mezcla, cantidad que es adicional a la cantidad
si se usa alguna, usada para la neutralización del ácido
detergente para formar la sal detergente). La presencia del
carbonato sódico anhidro añadido disminuye el contenido de
10 agua "libre" de la mezcla, debido a que el carbonato sódi-
co toma agua de hidratación. Por ejemplo a una formulación
que ordinariamente tiene un contenido de agua "libre" de
alrededor del 15%, se puede añadir suficiente carbonato só-
dico para disminuir el contenido de agua "libre" a 7%.

15 Los siguientes Ejemplos VII, VIII y IX ilustran
procedimientos en los cuales la mezcla es alimentada direc-
tamente a la amasadora sin un envejecimiento importante.

EJEMPLO VII

Se repite el Ejemplo VI pero la mezcla es alimen-
20 tada desde el mezclador que tiene dientes o dedos interpe-
netrantes directamente a un pre-batidor movido de camisa
y enfriado con agua a alrededor de 18°C., desde el cual es
estruido en forma de varios varillas continuas de alrededor
de 0,8 cm. de diámetro. Las varillas que emergen desde el
25 pre-batidor a una temperatura de alrededor de 37°C. son ali-
mentadas directa y continuamente a una amasadora de jabón
de 5 rodillos.

EJEMPLO VIII

30 Se repite el Ejemplo I con los siguientes ingre-
dientes añadidos en el orden dado abajo:



	(a)	agua	14,1
		carbonato sódico anhidro	3,5
		ácido de capa superior 87% ácido tridecilobencenosulfónico	22,0
5		carbonato sódico anhidro	6,5
		solución de silicato sódico (Na ₂ O/SiO ₂ =1/2,07; 39,7% sólidos)	18,5
		perfume	0,2
		almidón de maiz	11,7
		carbonato sódico anhidro	3,5
10		tripolifosfato sódico (como en el Ejemplo I)	20,0

El ácido de la capa superior esañadido en porciones alternando con la segunda porción del carbonato sódico. Después de que los ingredientes son mezclados en un amalgamador, la mezcla es inmediatamente alimentada a una amsadora de rodillos y después a un batidor a vacío de doble barril, el cual la extruye como una varilla de 1,9 cm. x 5,0 cm. de sección transversal.

EJEMPLO IX

Se repite el Ejemplo VII usando los siguientes ingredientes en el orden dado abajo:

	(b)	agua	12,1
		carbonato sódico anhidro	2,6
		ácido de capa superior (87% ácido tridecilobencenosulfónico)	21,8
25		carbonato sódico anhidro	7,4
		solución de silicato sódico (Na ₂ O/SiO ₂ =1/2,07; 39,7% sólidos)	18,3
		perfume	0,2
		almidón de maiz	11,9
30		sesguicarbonato sódico	5,9



tripolifosfato sódico (como en el
Ejemplo I)

19, 8'

5 Cada una de las barras descritas en los Ejemplos
dados arriba son suaves al tacto, inicialmente y después
del uso en el lavado. Cuando se usa carbonato sódico para
neutralizar el ácido sulfónico se prefiere que la propor-
ción de la cantidad de agua presente en la mezcla en ese
momento, a la cantidad de carbonato sódico, sea de alrede-
dor de 3:2. Como se ha indicado previamente es preferible
usar un exceso de medio mol de carbonato de sodio por equi-
valente de ácido detergente de manera que se forme por la
10 reacción de neutralización, bicarbonato sódico finamente
divido.

15 Para evitar la posible formación de granos de car-
bonato sódico hidratado es deseable mantener el carbonato
sódico en una condición disuelta o finamente dispersada.
En un procedimiento, mostrado en los Ejemplos, se prepara
una solución de carbonato sódico en agua, se añade parte del
ácido sulfónico y el carbonato sódico y el ácido sulfónico
son entonces añadidos en proporciones relativas tales que
20 cualquier carbonato sódico libre está en una condición dis-
persa durante el paso de neutralización.

25 Como se ha indicado en los Ejemplos, el almidón
es un ingrediente deseable en la barra. Este material el
cual puede estar presente en una cantidad de hasta alrede-
dor del 20% o más, mejora la plasticidad y la suavidad. Por-
centajes mayores de 20 son posibles y dan un producto exce-
lente, pero normalmente no son convenientes por razones eco-
nómicas y porque ocurre una alteración del color del almidón.

30 El almidón puede ser añadido en mezcla con la sal
mejoradora de detergente, si así se deseara. También comose



indica en los Ejemplos, la cantidad de sulfato sódico de la barra puede ser extremadamente baja, si se desea, y la proporción de la cantidad de sólidos de silicato sódico a la cantidad de sal mejoradora de detergencia puede ser relativamente alta.

Como alquilo benceno sulfonatos solubles en agua se pueden usar los que tienen grupos alquilo de cadena ramificada o recta. El número de carbonos del grupo alquilo está preferiblemente dentro del margen de alrededor de 8 a 16, más deseablemente alrededor de 11 a 15; grupos alquilo con un peso molecular promedio de alrededor de 160 a 185 (por ejemplo dodecilo o tridecilo) son los más preferidos.

El grupo alquilo puede ser del tipo ramificado (por ejemplo derivado del uso de propileno terémero para alcoholos el anillo de benceno) o del tipo lineal (particularmente grupos alquilo que están unidos al anillo de benceno en los carbonos internos, por ejemplo, un alquilo sustituyente que contiene del 20% de grupos alquilo cuyos unión al benceno está en el carbono 2 del grupo alquilo, teniendo el resto de los grupos alquilo la unión con el benceno en el átomo de carbono 3 o en un átomo superior.

Está dentro del amplio alcance de esta invención el usar otros detergente sintéticos en lugar de parte (por ejemplo 1/3 o 1/2) o de todo el alquilo benceno sulfonato. Deestos los detergentes aniónicos, tales como los detergentes sulfatados o sulfonados, y particularmente, los detergentes sulfonados, son los preferidos. Por lo tanto, se puede emplear un alquilo sulfonato detergente o un hidroxialcano sulfonato detergente o mezclas de los mismos, tal como un detergente sulfonato de olefina, preparado, por ejemplo,



5 por la conocida reacción del gas SO_3 deiluido, no complejo,
con una alimentación de alfa-olefina superior, por ejemplo,
de 10, preferiblemente de alrededor de 15-20 átomos de car-
bono, seguida por hidrólisis y neutralización del producto
de reacción de sulfonación resultante, para producir un sul-
fonato de alquínilo superior conteniendo, usualmente, un
hidroxialcanosulfonato superior. Otros detergentes sulfona-
dos son un sulfonato de parafina el cual puede ser hecho
por la adición de NaHSO_3 a una alfa-olefina superior, y sa-
10 les de ésteres de alquilo de ácidos alfa-sulfograsos (por
ejemplo, de alrededor de 10-20 átomos de carbono, tales co-
mo el ácido metilo alfasulfomirístico o el ácido metilo al-
fa-sulfo sebo). Otros detergentes aniónicos sintéticos in-
cluyen los sulfatos de cadena larga de alrededor de 10-20
15 átomos de carbono tales como el bien conocido alcohol de
sebo-sulfato sódico. La invención es particularmente útil
cuando el detergente está presente como sal sódica, ya que
las sales sódicas son las más comunes y más baratas; está,
sin embargo, dentro del alcance de la invención el usar otras
20 sales solubles en agua, por ejemplo, sales de potasio, li-
tio, calcio, etc. Generalmente la cantidad de detergente sin-
tético está en el margen de alrededor de 10 a 35%, preferi-
blemente en el margen de 15 a 30%, y más preferiblemente
en el margen de alrededor de 20-28%, basado en el peso to-
25 tal de la barra.

Está dentro del amplio alcance de la invención el
usar silicatos sólidos líquidos de un ancho margen de pro-
porciones de $\text{Na}_2\text{O}:\text{SiO}_2$, por ejemplo desde 1:4 a 1:1,5. Como
se ha indicado previamente, los silicatos sólidos más alcal-
30 linos se han encontrado que son los preferibles. Si se desea



se puede usar un silicato sódico menos alcalino junto con hidróxido sódico adicional; este hidróxido de sodio adicional puede ser suministrado por ejemplo, usando un exceso de NaOH en la neutralización del ácido sulfónico. Los silicatos sódicos, líquidos, coloidales, comercialmente disponibles (por ejemplo de una concentración de alrededor de 25-50% pueden ser usados, siendo preferidos aquellos que tienen una concentración de alrededor de 40% de sólidos (por ejemplo 32% o 42%) y 46% de sólidos. La proporción de silicato sódico (sólidos) en la barra es generalmente de más del 4%.

Como se ha descrito arriba, las barras detergentes para lavar comúnmente contienen tripolifosfato sódico como sal mejoradora de detergencia y es preferible emplear este material en el procedimiento de esta invención. Otras sales mejoradoras de detergencia que pueden ser usadas en lugar de todo o parte del tripolifosfato sódico, incluyen otros fosfatos (particularmente fosfatos condensados, tales como el trimetafosfato o el pirofosfato) y carbonatos (tales como el carbonato de sodio o bicarbonato). Fosfatos simples, tales como el fosfato trisódico, pueden ser empleados, particularmente en combinación con fosfatos condensados (por ejemplo una mezcla de 3 partes de tripolifosfato pentasódico y 1 parte de ortofosfato trisódico). El uso de sales mejoradoras de detergencia neutras así como alcalinas, está dentro del amplio alcance de la invención. Ejemplos de sales mejoradoras de detergencia neutras con el sulfato sódico y el cloruro de sodio. También pueden estar presentes mejoradores de detergencia orgánicos, por ejemplo, sales sódicas de ácido nitrilotriacético o ácido etilendiamino tetraacé-



5 tico. Otras sales son el bórax y los sesquicarbonatos. En
lugar de las sales sódicas preferidas para el detergente
y mejorador de detergencia, se pueden usar cualesquiera o-
tras sales solubles en agua, tales como las sales de meta-
les alcalinos y de metales alcalinotérreos, por ejemplo,
potasio, litio, calcio, magnesio, en cantidades apropiadas
seleccionadas, efectivas para formar una barra suave. La pro-
porción del peso de la sal mejoradora de detergencia (cla-
culada como sal mejoradora de detergencia anhidra) al peso
10 del detergente por lo menos de alrededor de 0,5:1, preferi-
blemente 0,8:1, por ejemplo alrededor de 1:1 o mayor. Esta
sal mejoradora de detergencia está principalmente presente
como partículas sólidas dispersas, tales como cristales,
durante el proceso y en la barra endurecida. Preferiblemen-
te la cantidad de fosfato de la barra está muy por encima
15 del 5% y el tripolifosfato sódico constituye por lo menos
la porción de las sales mejoradoras de detergencia.

Una porción substancial del tripolifosfato penta-
sódico puede ser de la conocida Forma I (de otra forma lla-
mada Fase I), así se han obtenido resultados excelentes cuan-
do el contenido de Forma I ha sido tripolifosfato de sodio.
Sin embargo, muy buenos resultados también han sido obteni-
dos usando tripolifosfatos de sodio de muy bajo contenido
de Forma I y de un contenido bien alto de la Forma II.

25 Los polvos de sal mejoradora de detergencia pue-
den ser preparados moliendo en una forma convencional. Por
ejemplo el tripolifosfato de sodio pueden ser molido para
obtener el siguiente análisis granulométrico: menos del 1%
pasa a través de una criba de malla 100, menos del 0,7%
30 pasa a través de una criba de malla 80, y menos del 0,1%

7.9.68



5 pasa a través de una criba de malla 60; similarmente, el análisis granulométrico del carbonato sódico en polvo puede ser tal que menos del 1,7% pase a través de una criba de malla 100; menos del 0,9% pase a través de una criba de malla 80; y menos del 0,4% pase a través de una criba de malla 60. Todos los tamaños de tamiz usados aquí son V.S. Standard.

10 El procedimiento de esta invención es particularmente útil cuando la sal mejoradora de detergencia es suministrada en una condición hidratable y se hidrata mientras está en mezcla con la mezcla de detergente, silicato sódico y agua. En tal caso para mejores resultados (en términos de suavidad al tacto) la sal mejoradora de detergencia en polvo debe ser suministrada en una condición substancialmente anhidra. Por lo tanto la proporción de agua combinada del tripolifosfato de sodio añadido a la mezcla está preferiblemente muy por debajo del 1% más preferiblemente por debajo del 0,4%, obteniéndose barras especialmente suaves cuando el contenido de agua está por debajo del 0,1%, por ejemplo, 0,5%. Se cree que cuando una sal anhidra es usada en esta forma la hidratación de la sal en polvo se lleva a cabo en la matriz líquida o pastosa, en ausencia substancial de cristales de siembra de sal hidratada, para producir in situ finas partículas hidratadas dispensados. La sal substancialmente anhidra puede, sin embargo, ser mezclada con materiales hidratados antes de ser introducida dentro de la mezcla de detergente y silicato. Por ejemplo, tripolifosfato pentasódico puede ser mezclado, con almidón de maíz el cual contiene alrededor de 13% de humedad, incluso (menos deseable) molido junto con el almidón y después usado inmediata-

15

20

25

30



mente, antes de que ocurra una hidratación substancial de la sal.

Otros ingredientes que pueden estar presentes en la barra detergente incluyen los perfumes , agentes blan-
5 queadores tales como el dióxido de titanio, abrillantadores ópticos, cargas (tales como bentonita, caolín u otras arcillas, óxido de zinc, celulosa finamente dividida, o sílice finamente dividida, por ejemplo, coloidal).

Para obtener los productos más uniformes con una
10 mejor apariencia y tacto, es ventajoso hacer pasar la mezcla, antes de darle forma por medio de la extrusión u otro medio, por una amasadora de rodillos (tal como una amasadora de jabón) u otro dispositivo que ejerza un efecto de cizallamiento similar sobre la mezcla. Está también dentro del
15 amplio alcance de la mencionada invención, el llevar a cabo el procedimiento continuamente, alimentado continuamente una corriente de la mezcla acuosa previamente descrita de silicato sódico y el detergente neutralizado corriente que puede ser producida continuamente), y una corriente sólida
20 de los polvos de la sal mejoradora de detergencia y el almidón a un dispositivo de mezclado y cizallado continuo, tal como los dispositivos ilustrados en la solicitud de patente Italiana núm. 36/33 del 30 de Junio de 1.966 (solicitud de los Estados Unidos de América Serie núm 529.151 de 21 de
25 Febrero de 1.966, modificados para permitir la adición de los polvos a la mezcla acuosa de silicato y detergente.

La formación de la mezcla en forma de barra es preferiblemente efectuado por extrusión de una varilla continua (usualmente de un grueso de por lo menos 15 mm. y un
30 área de la sección transversal de por lo menos 800 mm. cua-



drados) y cortando después la varilla en barras individuales.

Se pueden usar batidores convencionales para este propósito y, si se desea, pueden emplearse, las condiciones de batición descritas en la patente Italiana antes mencionada.

5 Alternativamente, cuando se emplea un dispositivo de cizallado intensivo, como se ha mencionado con anterioridad, la varilla continua puede ser extruída directamente, a través de una boquilla de extrusión, desde el dispositivo de cizallado, particularmente cuando el último es del tipo que
10 tiene medios para ejercer una presión suficiente sobre la mezcla para forzarla continuamente desde la boquilla.

La mezcla puede también ser aireada con anterioridad a la extrusión para producir una barra de una densidad inferior, por ejemplo de una densidad de 1,1:1,4, preferiblemente alrededor de 1,2:1,4 y más preferiblemente menos
15 que 1,35. Esto puede ser logrado con el uso de batidores de múltiples pasos en los cuales se entremezcla aire (preferiblemente suministrado bajo presión superior a la atmosférica) con los extruídos entre los distintos pasos como se describe por ejemplo en la solicitud de patente Italiana num.
20 32/389 de 21 de Abril de 1.966 y en la solicitud de patente Británica núm 18.010/67 de 19 de Abril de 1.967. Otro método implica la introducción de aire, u otro gas, dentro del material que está siendo trabajado en un dispositivo de cizallado intensivo, como se describe en la solicitud de patente
25 Italiana núm 36/33 de 30 de Junio de 1.966 (y solicitud de patente de los E. Unidos de América Serie núm 529.087 de 21 de Febrero de 1.966). Un ejemplo del uso de un procedimiento de aireación es dado abajo:

30

EJEMPLO X



Se agregan 10,0 kg. de agua del grifo a un mezclador de dientes o dedos interpenetrantes que giran en sentido contrario del tipo inclinable.

5 La rotación de la cuchilla mezcladora es entonces comenzada y continuada hasta que la mezcla es echada desde el amalgamador.

Entonces se agregan 3,0 kg. de carbonato sódico anhidro y se disuelven en agua, y después se agregan en porciones un ácido alquilobenceno sulfónico convencional de "capa superior" alrededor de 84,5% de ácido tridecilobencenosulfónico de acdenaramificada, 9?, 0% de H₂SO₄) alternando con porciones adicionales de carbonato sódico anhidro.

15 La cantidad total de la capa superior usada es de 48,45 kg. y la cantidad total de carbonato sódico (incluyendo la parte inicial de 3,0 kg.) es de 22,35 kg.

Durante el mezclado la reacción del carbonato y el ácido rinde una masa esponjosa debido a la liberación de CO₂ el cual a su vez reacciona con el exceso de carbonato presente para producir bicarbonato de sodio. Después de que no se aprecia desprendimiento de CO₂, se añaden 48,8 kg. de silicato líquido acuoso (conteniendo 29% de sólidos de silicato teniendo una proporción de Na₂O/SiO₂ de 1/2, 0) junto con un perfume convencional (0,4 kg.) y son mezclados a fondo con la masa en el amalgamador.

25 En esta etapa la mezcla es menos viscosa que antes de la adición del silicato sódico acuoso.

Entonces se añaden 24,0 kg. de almidón de maíz; como resultado la masa es endurece y tiende a romperse durante el mezclado.

30 Entonces se agregan 46,0 kg. de tripolifosfato



pentasódicoanhidro en polvo (teniendo un contenido relativamente alto de la Fase I, alrededor de 28% y alrededor de 0,2% de humedad) y se continúa el mezclado por alrededor de dos o tres minutos. La mezcla resultante (teniendo una temperatura de alrededor de 62°C.) es echada (y raspada) desde el amalgamador y gradualmente es alimentada a un pre-batidor con camisa y enfriado con agua a alrededor de 18°C.

Las varillas del producto de alrededor de 0,8 cm. de diámetro, emergen desde el pre-batidor (a alrededor de 37°C.) y son continuamente alimentadas a una amasadora convencional de 5 rodillos.

El material emerge desde la amasadora en forma de cintas y es alimentado a un batidor de doble tornillo sinfin de tres etapas, en el cual el aire es entre-mezclado con los extruídos entre las etapas, como se describe en la solicitud de patente Italiana núm 32/389 de 21 de Abril de 1.966 y en la solicitud de patente Británica núm. 18.010/67 de 19 de Abril de 1.967. En la operación de batición el material pasa a través de un batidor de doble tornillo sinfin de primera etapa, cuya camisa es mantenida a alrededor de 20°C; después a través de una cámara de etapa intermedia mantenida a una presión de aire de 210 kg/cm² manom; después a través de un batidor de doble tornillo sinfin de segunda etapa, cuya camisa es mantenida a alrededor de 20°C; después a través de una segunda cámara de etapa intermedia mantenida a una presión de aire de 1,6 kg./cm² manom. después a través de un batidor de doble tornillo sinfin de la etapa final cuya camisa es mantenida a 20-40°C; después a través de una boquilla con camisa, camisa que es mantenida a alrededor de 40°C; y finalmente a través de una boqui-



5 lla de extrusión con una camisa a 110°C. Después del periodo inicial de preparación la temperatura de la varilla relativamente suave que está siendo continuamente extruída, es de alrededor de 46°C.; su densidad es de alrededor de 1,25-1,32 g/cm³. Esta varilla es enfriada, cortada en barras individuales para lavar y prensada.

EJEMPLO XI

Se usa el procedimiento del Ejemplo I, con los siguientes ingredientes añadidos en el orden dado:

10	Agua	14,6
	Carbonato sódico anhidro	21,9
	ácido de capa superior (87% ácido tridecilobenceno sulfónico)	32,0
	Almidón de maiz	15,0
15	Tripolifosfato sódico (como en el Ejemplo I)	16,5

20 En el procedimiento dado arriba no se añade silicato sódico y éste es reemplazado por cantidades mayores de ácido sulfónico y almidón de maiz cuando se compara con las fórmulaciones del Ejemplo II. La barra resultante es suave también pero con menos contenido de agua libre y contiene alrededor de 29,6 por ciento de detergente, alrededor de 15% de almidón y alrededor de 18% de contenido de agua total. Con anterioridad a la adición del amidón, la mezcla
25 contiene alrededor de 43% de detergente, 10,5% de carbonato sódico de 5,8% de sulfato sódico, alrededor de 16,9% de bicarbonato de sodio y alrededor de 22,7% de agua.

EJEMPLO XII

30 Se usa la formulación del Ejemplo XI sin silicato con el equipo del Ejemplo X, dando por resultado una mezcla suave la cual es amasada. El producto final es una barra



aireada muy suave de una densidad de alrededor de $1,35 \text{ g/cm}^2$

Otras barras deseables teniendo las siguientes composiciones finales son hechas con este procedimiento: alrededor del 14 al 20% de humedad, del 25 al 38% de sal sódica de detergente, del 10 al 25% de almidón de maiz, del 5 al 10% de tripolifosfato sódico siendo el resto carbonato y bicarbonato, y con una densidad de 1,25 a 1,4.

5

EJEMPLO XIII

Se repite la formulación del ejemplo XI con el procedimiento del Ejemplo IV, resultando una mezcla que es amasada sin envejecimiento, y que forma también una barra suave.

10

EJEMPLO XIV

Se repite la formulación del Ejemplo I con el procedimiento del Ejemplo VI, en el mismo mezclador, con un peso total de la mezcla final de 200 kg., excepto que no se añade silicato sódico líquido después de la neutralización. El silicato líquido es reemplazdo por alrededor de 8% de detergente, alrededor de 3% de carbonato de sodio, 4% de almidón de maiz y 5% de agua. Se obtiene también una barra buena y suave.

15

20

EJEMPLO XV

Se repite el procedimiento y el equipo del Ejemplo X sin el uso del tripolifosfato. La cantidad total usada de ácido sulfónico (capa superior) es de 180 kg. y la cantidad total de carbonato de sodio es de 222,6 kg. (incluyendo una porción inicial de 9,6 kg. añadida al agua). La reacción de neutralización dura alrededor de de 12 minutos con un mezclado a fondo y la mezcla neutralizada es una masa de aspecto seco la cual tiende a romperse o desgarrarse

25

30



5 durante el mezclado. Entonces se añaden 91 kg. del mismo silicato acuoso; la masa se vuelve más finas y puede mezclarse sin romperse. Entonces se agregan 80kg. de almidón lo cual con vuelve la masa más espesa. La mezcla uniforme resultante que tiene una temperatura de alrededor de 56°C. es echada desde el amalgamador y alimentada a un pre-batidor con camisa y enfriada con agua a 18°C. La mezcla es entonces tratada como se describe en el Ejemplo X, produciendo barras satisfactorias con una densidad de alrededor de 1,25-1,30 g./cm³.

10 Está también dentro del amplio alcance de la invención el formar la composición en forma de una barra de lavar por medio de otros medios que no sean la extrusión, por ejemplo, por moldeo o colada.

15 Todas las proporciones dadas aquí son por peso a no ser que se especifique lo contrario. Las presiones en los Ejemplos son atmosféricas a no ser que se exponga lo contrario.

20 Deberá entenderse que la descripción detallada anterior es solamente dada como vía de ilustración y que se pueden hacer muchas variaciones en la misma sin apartarse del espíritu de la invención.

25 Esta solicitud que corresponde a la presentada en Italia, 2 de Agosto de 1.967, con el número 38581/67, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

30

7.9.68



N O T A

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:

- 10 1.- Un procedimiento para la producción de una barra detergente para lavar, conteniendo un detergente sintético orgánico y una sal mejoradora de detergencia en la cual la proporción del peso de la sal mejoradora de detergencia al del detergente es de por lo menos alrededor de
- 15 0,5:1, la mejora que comprende el hacer una barra suave bajo condiciones controladas formando una mezcla fluída uniforme que contiene agua y detergente, mezclando con ella una sal mejoradora de detergencia en forma de partículas mientras se mantiene la plasticidad durante el mezclado para dispersar finamente la sal mejoradora de detergencia e
- 20 inhibir el tamaño del cristal para formar una mezcla la cual en forma de barra tiene una matriz microcristalina substancialmente libre de cristales de la sal mejoradora de detergencia de más de alrededor de 40 micrones de diámetro, estando caracterizada dicha barra por su suavidad y ausencia
- 25 de sensación arenosa al tacto durante el uso en el lavado.
- 2.- Un procedimiento como el de la reivindicación 1, en el cual la matriz microcristalina formada es substancialmente uniforme y está sustancialmente libre de cristales de más de alrededor de 30 micrones.
- 30



3.- Un procedimiento como el de la reivindicación 1 ó 2, en el cual silicato sódico disuelto es añadido a la mezcla acuosa con anterioridad a la sal mejoradora de detergencia en una cantidad de hasta alrededor del 12% por peso de la barra.

5

4.- Un procedimiento como el de las reivindicaciones 1 a 3, en el cual es añadido almidón a la mezcla de agua, detergente sintético y cualquier silicato sódico disuelto.

10

5.- Un procedimiento como el de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el cual el detergente comprende alquilo superior - benceno sulfonato de sodio, y la sal mejoradora de detergencia comprende tripolifosfato de sodio.

15

6.- Un procedimiento como el de cualquier de las reivindicaciones 1 a 5, en el cual dicha sal mejoradora de detergencia es una sal hidratable, y se hidrata in situ, y la cantidad de agua está substancialmente en exceso de la cantidad requerida para la hidratación de dicha sal mejoradora de detergencia.

20

7.- Un procedimiento como el de la reivindicación 6, en el cual el contenido de agua de la mezcla con anterioridad a la adición de dicha sal mejoradora de detergencia es de alrededor de 15 a 40%.

25

8.- Un procedimiento como el de las reivindicaciones 1 a 7, en el cual la barra contiene alrededor del 15% de agua "libre".

30

9.- Un procedimiento como el de cualquiera de las reivindicaciones anteriores, conteniendo una mezcla de agua, detergente y silicato sódico en una proporción de alrededor de $1:1\frac{1}{4} - \frac{1}{3}$ y el silicato tiene una proporción de Na_2O :

9.9.68



SiO₂ por arriba de 1:2,5.

5 10.- Un procedimiento como el de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en el cual la proporción del total de la sal mejoradora de detergencia a detergente es de por lo menos alrededor de 1:1 por peso.

10 11.- Un procedimiento como el de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en el cual la mezcla que contiene la sal mejoradora de detergencia es extruída para formar una varilla o barra y dicha varilla es entonces cortada para formar barras de lavar individuales.

12.- Un procedimiento como el de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en el cual la mezcla que contiene la sal mejoradora de detergencia es amasada antes de formarla en una barra.

15 13.- Un procedimiento como el de la reivindicación 12, en el cual la mezcla es formada en barras después del amasado, extruyéndola a través de un batidor para formar una varilla y cortando la varilla en barras individuales.

20 14.- Un procedimiento como el de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13, en el cual la mezcla de agua, detergente y cualquier silicato sódico disuelto que haya presente, es producida mezclando la forma ácida del detergente con un agente neutralizante soluble en agua para formar un detergente plastificado con agua, en forma de sal, 25 variando la cantidad de agua en el mismo con la cantidad de cualquier silicato añadido al mismo en la forma de una solución coloidal acuosa del silicato sódico, y añadiendo seguidamente una sal mejoradora de detergencia en forma de partículas.

30 15.- Un procedimiento como el de la reivindicación



16

14, en el cual dicha forma ácida del detergente comprende un ácido alquilo superior bencenosulfónico, y dicho agente neutralizante forma una sal sódica de dicho ácido.

5 16.- Un procedimiento como el de la reivindicación 15, en el cual el agente neutralizante comprende hidróxido de sodio o carbonato de sodio, siendo añadido dicho carbonato en parte como una solución acuosa con anterioridad a dicho detergente.

10 17.- Un procedimiento como el de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 16, en el cual la barra contiene alrededor de 7% de agua libre y contiene alrededor del 2 al 5% de carbonato de sodio.

15 18.- Un procedimiento como el de cualquiera de las reivindicaciones 11 a 17, e incluyendo al paso de pasar la mezcla a través de una zona de enfriamiento con anterioridad al amasado.

20 19.- Un procedimiento como el de cualquiera de las reivindicaciones 1-18, en el cual la proporción de la cantidad de sal mejorada de detergencia a la cantidad de detergente es por lo menos 1:1.

20.- Un procedimiento como el de cualquiera de las reivindicaciones 1-19 e incluyendo el paso de airear la mezcla que contiene la sal mejoradora de detergencia y formar la mezcla aireada en una barra.

25 21.- Un procedimiento para la producción de una



barra detergente para lavar.

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

5 Esta Memoria consta de treinta y nueve hojas - escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 16 ENF 1970

F.A.