

SECCION TECNICA  
REGISTRACION I. P. C.  
CLASE C II  
SUBCLASE D



NUMERO 365.626.

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de una

PATENTE DE INVENCION

Solicitante: UNILEVER N.V.

Residencia: Museumpark 1, ROTTERDAM, Holanda.

Enunciado: "UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UNA COMPOSICION DETERGENTE GRANULADA".

Prioridad: de la solicitud de patente luxemburguesa nº. 55.829 del 3 de abril 1968.



1           Este invento se refiere a un procedimiento para la  
preparación de una composición detergente. Más especial-  
mente, este invento se refiere a un procedimiento para la  
preparación de una composición detergente que comprende  
5           una mezcla detergente activa de un detergente sintético  
no iónico, un detergente sintético aniónico y un jabón de  
metal alcalino y una mezcla reforzante de un polifosfato  
alcalino y una sal alcalina de ácido nitrilotriacético  
soluble en agua.

10           El ácido nitrilotriacético, especialmente sus sales  
alcalinas solubles en agua, denominado en adelante NTA, es  
un agente de formación de complejos conocido. Recientemen-  
te ha sido propuesto el uso de NTA en combinación con un  
polifosfato alcalino, especialmente trifosfato sódico (de-  
15           nominado en adelante STP) para formar una mezcla reforzan-  
te para composiciones detergentes.

          De acuerdo con la técnica anterior, podía prepararse  
una composición detergente, secada por atomización.  
conteniendo esta mezcla reforzante NTA/STP por formación de  
20           una suspensión acuosa conteniendo los diversos ingredientes  
detergentes activos y la mezcla NTA/STP y secando por  
atomización dicha suspensión mediante cualquier método con-  
vencional.

25           No obstante, este método no produce resultados sa-  
tisfactorios si la mezcla detergente activa está constituí-  
da por una mezcla de un detergente sintético no iónico, un  
detergente sintético aniónico y un jabón de metal alcalino,  
es decir, la llamada composición detergente de espuma contro-  
lada. Si una suspensión que contiene esta mezcla detergente  
30           activa y una mezcla NTA/STP se seca por atomización, el pol-



1 vo seco obtenido es blando y muy higroscópico y tiene muy  
malas propiedades de libre fluidez. Su tacto es húmedo y  
pegajoso al salir de la torre de atomización.

5 Además, la operación de secado por atomización es  
difícil porque con frecuencia se produce la combustión  
del polvo en la entrada de aire caliente de la torre de ato-  
mización.

10 Ahora se ha encontrado que estos inconvenientes pue-  
den ser reducidos notablemente si se disminuye el contenido  
en jabón de la suspensión acuosa.

15 Por lo tanto, el presente invento proporciona un  
procedimiento para la preparación de una composición deter-  
gente granulada que fluye libremente, que contiene una mez-  
cla detergente activa constituida por un detergente sinté-  
tico no iónico, un detergente sintético aniónico y un ja-  
bón de metal alcalino y una mezcla de NTA y STP; cuyo pro-  
cedimiento se caracteriza por secar térmicamente una suspen-  
sión acuosa que contiene NTA, STP y un detergente sintético  
20 no iónico, un detergente sintético aniónico y menos de la  
cantidad total de jabón requerida en la composición final,  
añadiéndose después la parte restante de la cantidad requere-  
da de jabón a la composición detergente granulada secada  
térmicamente, en forma de sólidos configurados. La composi-  
ción detergente granulada así obtenida posee unas propieda-  
des satisfactorias de libre fluidez y la higroscopicidad  
25 del producto está considerablemente reducida. Además, la  
suspensión acuosa se seca más fácilmente por la acción del  
calor.

30 Como se ha indicado anteriormente, la suspensión  
acuosa debe contener menos que la cantidad total de jabón



1       requerida en el producto final. La reducción de esta can-  
tidad da lugar a mejores productos y los productos de máxi-  
ma calidad se obtienen si la suspensión no contiene jabón  
en absoluto. En este caso todo el jabón se añade después  
5       al producto secado térmicamente en forma de sólidos confi-  
gurados.

      Por sólidos configurados entendemos cualquier forma  
sólida adecuada obtenida por un proceso de configuración  
apropiado. Los sólidos configurados adecuados son tallari-  
10       nes, escamas, cintas, hilos, gránulos esféricos, gránulos  
cilíndricos, pequeñas esferas, etc.

      Los sólidos jabonosos configurados pueden contener  
además otros ingredientes adecuados en una composición de-  
tergente, tales como perfumes, germicidas, colorantes, fluo-  
15       rescentes, enzimas, inhibidores de la corrosión, inhibido-  
res del empañamiento, etc.

      La suspensión acuosa puede ser preparada de cualquier  
forma convencional mezclando los constituyentes de la compo-  
sición detergente con agua suficiente en un mezclador de ja-  
20       bón. La cantidad de agua (incluida la que se encuentra pre-  
sente en los diversos ingredientes añadidos a la suspensión)  
debe ser suficiente para proporcionar una suspensión poco  
viscosa, fácilmente bombeable y homogénea que no gelifique  
o solidifique a grandes velocidades de cizalla, por ejemplo  
25       cuando la suspensión es bombeada a través de una bomba de  
alta presión o en un molino coloidal. En general, la cantidad  
de agua debe constituir de 45 a 55 % del peso de la suspensión  
final. La temperatura de la suspensión final no debe ser,  
en general, superior a 85°C y preferiblemente no superior a  
30       unos 70°C. Durante la operaci'ón de mezcla, la temperatura de



1 la suspensión puede aumentar cuando se añaden los ingre-  
dientes particulares, por ejemplo el carbonato sódico y, en  
general, la temperatura inicial del agua debe estar compren-  
dida entre 50° y 60°C aproximadamente.

5 El secado térmico puede realizarse de cualquier for-  
ma convencional en un aparato secador. La suspensión se se-  
ca por atomización preferiblemente, por ejemplo en una to-  
rre de secado por atomización.

10 La composición detergente del invento puede contener  
una mezcla de NTA y STP en las proporciones de 20 a 50 %  
del peso de la composición final. En general, la mezcla con-  
tiene NTA y STP en una relación molar comprendida entre  
4:1 y 1:4. La relación molar preferida es de 1:1.

15 La composición detergente del invento contiene una  
mezcla detergente activa que comprende un detergente sin-  
tético no iónico, un detergente sintético aniónico y un  
jabón de metal alcalino.

20 Los detergentes sintéticos no iónicos que pueden  
ser utilizados en este procedimiento son los que contienen  
óxido de alquileno. Estos son productos de condensación de  
óxido de alquileno con un compuesto orgánico hidrófobo. Son  
ejemplos los productos de condensación de óxido de etileno  
con alcoholes, monoalquilfenoles, dialquilfenoles, amidas  
de ácidos grasos, polialquilenglicoles y aductos mixtos de  
25 óxido de alquileno. En general, la composición contiene de  
1 a 10 % del peso de la composición final del detergente  
sintético no iónico. Cuando se desea una formación media  
de espuma se emplea una proporción de 1 a 6 % y para conse-  
guir poca espuma se prefiere de 2 a 10 % de estos detergen-  
tes.  
30



1969

1                    Los detergentes sintéticos aniónicos que pueden ser  
utilizados en este procedimiento son muy conocidos en la  
técnica de los detergentes. En términos amplios, pueden  
5 ser descritos como las sales alcalinas del producto de  
reacción de un agente de sulfatación o de sulfonatación  
con un compuesto orgánico sulfatable o sulfonatable. Como  
ejemplos citaremos los alquilsulfatos, alquil-éter-sulfa-  
tos, alquilsulfonatos, alquilarilsulfonatos, alquilaril-  
éter-sulfatos, taururos de acilo, isetionatos de acilo,  
10 sulfoácidos grasos, olefinsulfonatos, etc.

                  En general, la composición contiene de 2 a 20 % del  
peso de la composición final del detergente sintético anió-  
nico. Generalmente para una formación media de espuma se  
emplea de 8 a 15 % y para poca espuma es generalmente ade-  
15 cuado de 2 a 9 %.

                  Los jabones que pueden ser utilizados en este pro-  
cedimiento pueden ser del tipo normal de jabones actualmen-  
te utilizados en la técnica de los detergentes, tales como  
20 los jabones de metales alcalinos de los ácidos grasos sa-  
turados que contienen de 10 a 24 átomos de carbono en la  
cadena alquílica, por ejemplo los ácidos grasos derivados  
del aceite de palma, aceite de cacahuet, sebo endurecido,  
aceite de pescado endurecido, etc. También pueden utilizar-  
se los jabones de metales alcalinos de los ácidos grasos  
25 sintéticos. En general, la composición contiene de 1 a 10 %  
del peso de la composición final de jabón. Para una espuma  
media se prefiere una proporción de 1 a 5 % y para poca es-  
puma es conveniente una proporción de 5 a 10 % de jabón.

                  La composición puede contener además los aditivos  
30 normales para detergentes, tales como agentes hidrotropos,



1 modificadores de la jabonadura, agentes de suspensión de la  
 suciedad, inhibidores de los daños causados a los teji-  
 dos, inhibidores de la corrosión, sales alcalinas como car-  
 benatos, silicatos y sulfatos de sodio, agentes formadores  
 5 de complejos y sustancias hidrófobas como las parafinas.  
 Para trabajos intensos, puede agregarse un agente de blan-  
 queo como el perborato sódico en proporciones de hasta 35 %  
 También pueden añadirse enzimas.

10 A continuación ilustraremos el invento mediante los  
 siguientes ejemplos:

EJEMPLO 1

Se preparan unas suspensiones acuosas mezclando a  
 unos 50°C los siguientes constituyentes:

	<u>Kg</u>
15 Alquilarilsulfonato sódico (A.D. 40 %)	850
Nonilfenol 10 EO	82
Trifosfato sódico (fase II)	200
Nitrilotriacetato trisódico (92,93 %)	322,6
Vidrio soluble ( $Na_2O \cdot 1,8SiO_2$ ) (35 %)	440
20 Carboximetilcelulosa sódica (65 %)	14,5
Cenizas de sosa	408
Parafina	28
Fluorescentes	8,6
Toluensulfonato sódico (93 %)	6
25 EDTA (80 %)	2,5
Tiosulfato sódico	0,3
Agua	850

30 La mezcla se realiza en un mezclador de jabón con di-  
 ferentes cantidades de jabón sódico de grasas del tipo de  
 sebo (63 % de ácidos grasos), a saber, 170, 73,4, 54,0,



1 32,4 y 0 kg de jabón. La temperatura de la suspensión final es de unos 70°C. Secando por pulverización estas suspensiones se obtienen unos polvos que contienen 7,5, 3,4, 2,5, 1,5 y 0 % de jabón.

5 Las siguientes propiedades de estos polvos secados por atomización se determinaron después de haber madurado los polvos durante 3 días:

10 I Higroscopicidad: Absorción de humedad (aumento de peso, %) a 80 % de humedad relativa y a la temperatura ambiente (alrededor de 22°C) en un vaso de precipitados abierto conteniendo 50 cc del polvo, durante 7 días de almacenamiento.

15 II Compresibilidad: % de disminución del volumen de un cierto volumen de polvo (390 cc) bajo una cierta presión sobre el polvo (1130 g/cm<sup>2</sup>) después de un minuto.

20 III Tiempo de fluencia: Tiempo en segundos necesario para verter 4 litros de polvo de un cono con un orificio de 28 mm de diámetro.

25 También se determinaron las densidades aparentes (IV) de los polvos en g/litro. Los resultados están indicados en la Figura 1. De esta figura resulta evidente que una reducción del contenido en jabón del polvo proporciona una higroscopicidad menor, un tiempo de fluencia más corto, una compresibilidad más baja y una densidad aparente mayor. Los productos son menos higroscópicos, fluyen más fácilmente, son menos pegajosos y tienen una densidad aparente mayor.

30



1

EJEMPLO 2

5

10

15

20

25

30

Se preparan unas suspensiones acuosas a unos 50°C, mezclando los constituyentes del Ejemplo 1 con unas cantidades de jabón (sebo endurecido, 63 % de ácidos grasos) tales que por secado por atomización se obtienen unos polvos con un contenido en jabón de: A, 8,6 %; B, 7,56 %; C, 3,38%; D, 1,6 % y E, 0 %. Después de secar por atomización se añade 22 % de perborato sódico a los productos B, C, D y E y a los productos C, D y E también se añaden tallarines de jabón (sebo endurecido, 85 % de jabón) en las proporciones de 4, 5,5 y 6,9 % respectivamente. Estos productos se guardan en un vaso de precipitados abierto a 80 % de humedad relativa y a la temperatura ambiente (alrededor de 22°C) durante 4 semanas y se determina cada semana el aumento de peso en %. Los resultados están indicados en la Figura 2. Resulta evidente de esta figura que reduciendo la cantidad de jabón en el polvo secado por atomización se obtienen unos polvos considerablemente menos higroscópicos.

Las composiciones del invento son detergentes de espuma controlada satisfactorios y son adecuados para uso en las lavadoras de tambor.

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

-----  
-  
-  
-  
-  
-----



1969

REIVINDICACIONES

1

1. Un procedimiento para la preparación de una composición detergente granulada con propiedades mejoradas de fácil fluidez, conteniendo una mezcla detergente activa constituida por un detergente sintético no iónico, un detergente sintético aniónico y un jabón de metal alcalino y una mezcla reforzante constituida por una sal alcalina soluble en agua de ácido nitrilotriacético y un tripolifosfato alcalino, cuyo procedimiento está caracterizado por secar mediante la acción del calor una suspensión acuosa que contiene una sal alcalina soluble en agua de ácido nitrilotriacético, un tripolifosfato alcalino, un detergente sintético no iónico, un detergente sintético aniónico y menos de la cantidad total de jabón de metal alcalino requerida en la composición final, añadiéndose después el resto del jabón en forma de sólidos configurados a la composición secada por la acción del calor.

5

10

15

20

2. Un procedimiento según la Reivindicación 1, caracterizado porque la suspensión acuosa no contiene más de la mitad de la cantidad total de jabón requerida en la composición final.

3. Un procedimiento según la Reivindicación 1, caracterizado porque todo el jabón se agrega después a la composición secada por la acción del calor.

25

4. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita: "UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UNA COMPOSICION DETERGENTE GRANULADA".

30

-----  
-----



1

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente Memoria descriptiva, que consta de once páginas mecanografiadas y dibujos que se acompañan.

Madrid, 2 de abril de 1969

5

BERNARDO UNGRIA

p.p.

10

15

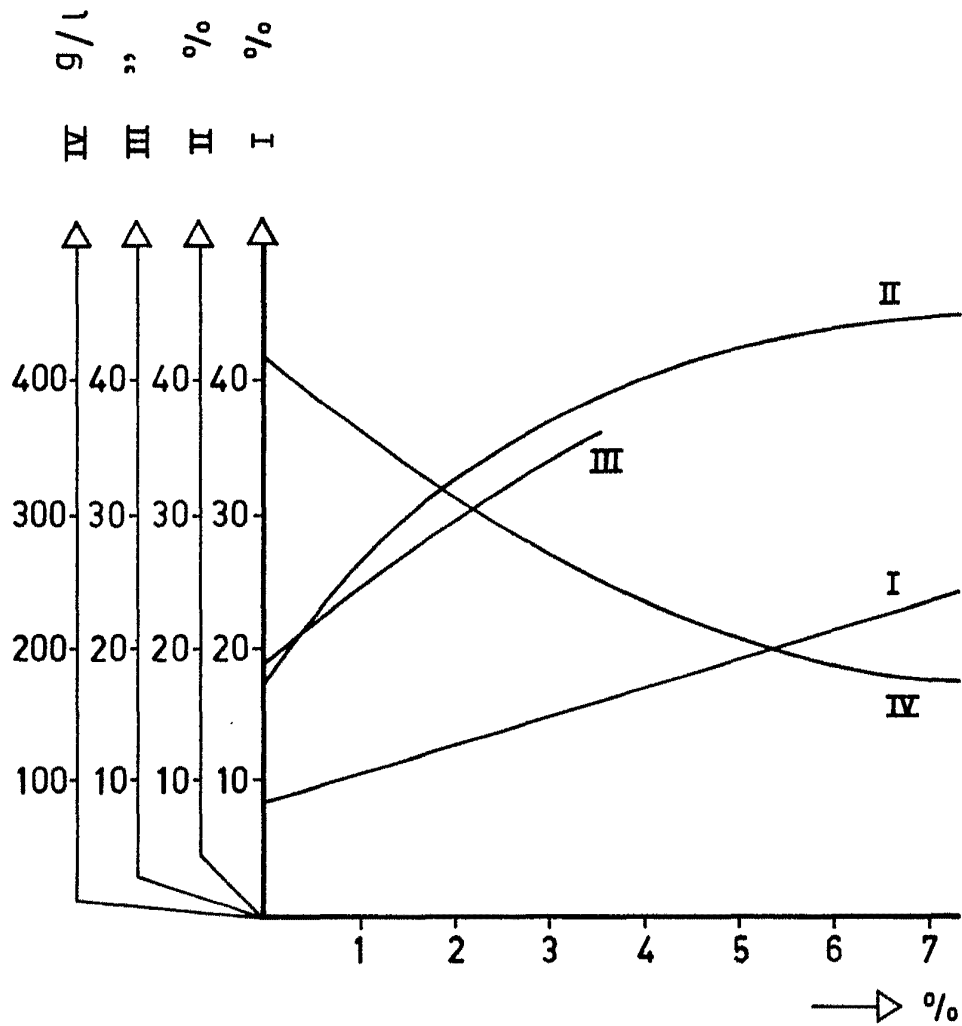
20

25

30



FIG. 1

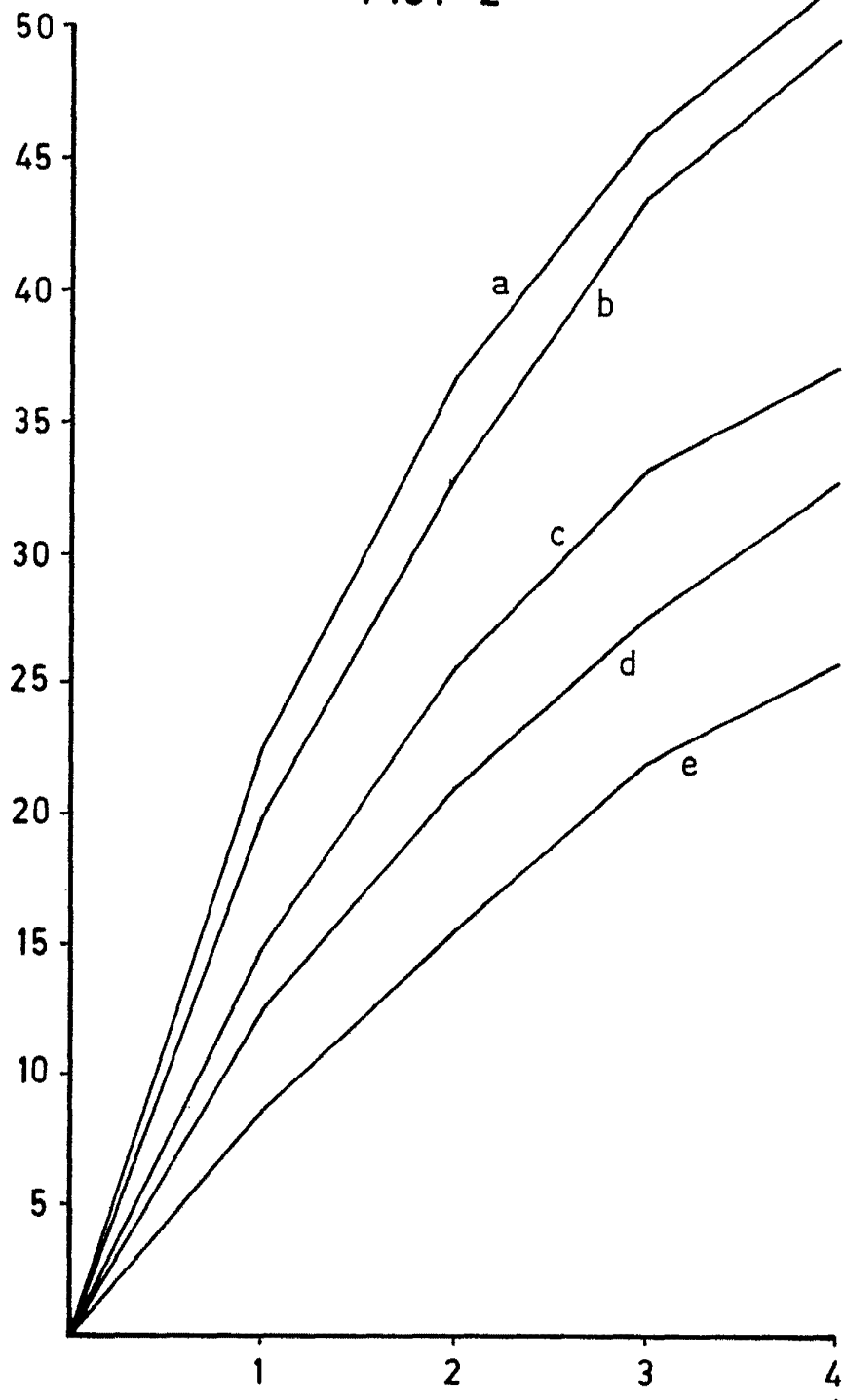


ESCALA VARIABLE  
MADRID, 2 DE abril DE 1969  
BERNARDO, *[signature]*  
R. F.



↑  
%

FIG. 2



→ T

ESCALA VARIABLE  
MADRID, 2 DE abril DE 19 69  
BERNARDO ENRIQUE  
P.B.