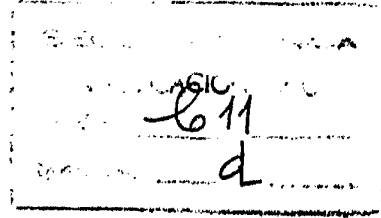


378699



378699



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

◆-----◆

Correspondiente a la solicitud de registro de una Patente de In-
vención que, por veinte años se solicita para España, a favor de
la entidad KAO SOAP CO., LTD., de nacionalidad jurídica japonesa,
domiciliada en Tokio (Japón), nº 5, 1-banchi, 2-chome, Nihonbashi-
Bakurocho, Cho-Ku - - - - -

p o r

"PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UNA COMPOSICION DE DETERGEN-
TE LIQUIDO"

=====

El presente invento se refiere a un procedimiento para la pre-
paración de una composición de detergente líquido y su objeto es
procurar una composición detergente líquida, que tiene una influen-
cia muy suave sobre la piel humana, posee excelentes detergencia y
capacidad espumadora y puede usarse convenientemente.

Aunque una solución concentrada de un producto no iónico super-
ficie-activo generalmente tiene una propiedad favorable, por ser
capaz de mantener un estado líquido estable, es inadecuada para
una composición de detergente líquido, debido a su pobre capacidad
espumante. Por lo tanto, con el fin de preparar una composición de

378699

16

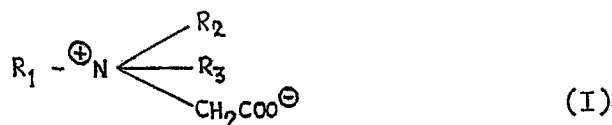


detergente líquido debería utilizarse un agente aniónico superficie-activo, incluso conjuntamente con grandes cantidades de disolvente y solubilizantes. Sin embargo, un agente superficie-activo aniónico tiene generalmente un efecto irritante sobre la piel humana y, por lo tanto, la detergencia de la composición detergente debe sacrificarse para reducir el efecto de irritación sobre la piel en muchos casos. Además, la solubilidad de un producto superficie-activo es generalmente tan pobre, particularmente a bajas temperaturas, que la concentración de la composición de detergente líquido no puede ser diluida, a no ser que se reduzca mucho el valor de la composición como un producto detergente líquido comercial.

El presente invento elimina los defectos de las composiciones convencionales de detergentes líquidos, tales como los arriba mencionados y procura una composición de detergente líquido, que tiene una excelente detergencia y una buena estabilidad a baja temperatura, siendo también muy suave para la piel humana.

El presente invento procura una nueva composición de detergente líquido, que contiene un agente aniónico superficie-activo, que comprende un sulfato alcoxipolietenoxietílico o sulfato alquifenoxipolietenoxietílico y una alquil betaina, teniendo la fórmula ilustrada más abajo y que comprende 1 - 100 partes de peso de alquil betaina por 100 partes de peso del agente aniónico superficie-activo. La alquil betaina, que debe utilizarse en la composición según el presente invento, se representa por la siguiente fórmula:

25



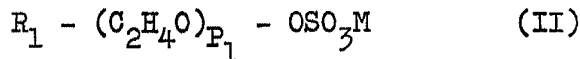
en que R_1 es un radical de alquilo, teniendo 10 - 18 átomos de carbono y R_2 y R_3 son radicales de alquilo inferior, teniendo 1-3 átomos de carbono, respectivamente.

30



Los ejemplos ilustrativos de la alquil betaina, que debe usarse en el presente invento, incluyen decildimetil betaina, dodecildimetil betaina, dodecilmetiletíl betaina, dodecildipropil betaina, dodecildietil betaina, tetradecildimetil betaina, hexadecildimetil betaina, 5 hexadecilmetilpropil betaina, octadecildimetil betaina, octadecilmetilbetil betaina, octadecildietil betaina, octadeciletílpropil betaina y octadecildipropil betaina.

El sulfato alcoxipolietenoxietílico, que debe usarse en la composición según el presente invento, se representa por la siguiente fórmula:

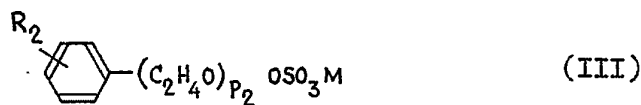


en que R_1 es un radical de alquilo o alqueno de cadena recta o ramificada, teniendo 8 - 18 átomos de carbono, preferentemente un radical de hidrocarburo de 11 - 14 átomos de carbono,

15 P_1 es un número entero de 1 - 6, preferentemente 2 - 4, y M es un catión, tal como sodio, potasio, amonio y cationes derivados de alcanolaminas, tales como monoetanolamina, dietanolamina y trietanolamina. Los ejemplos del arriba citado sulfato alcoxipolietenoxietílico son, sulfato lauroxidietenoxietílico, sulfato lauroximonoetenoxietílico, 20 sulfato lauroxitrietenoxtético, sulfato lauroxitetraetenoxietílico, sulfato lauroxipentaetenoxietílico, sulfato miristiloxi-mono di-, tri-, tetra- y penta-etenoxietílico, sulfatos palmitoxi-mono, di-, tri-, tetra-, y penta-etenoxietílico, sulfatos estearoxi- mono-, di-, tri-, tetra- y penta- etenoxietílico; sulfato 2-etil-hexanoxi- mono-, 25 di-, tri-, tetra- y pentaetenoxietílico; sulfato oleoxi- mono-, di-, tri-, tetra- y penta etenoxietílico.

El sulfato alquilfenoxipolietenoxietílico, que debe usarse en la composición según el presente invento se representa por la siguiente fórmula:

30





en que R_2 es un radical de alquilo, teniendo 6 - 10 átomos de carbono, preferentemente 8 ó 9 átomos de carbono, P_2 es un número entero de 1 a 9, preferentemente de 3 - 5, y M es un catión, tal como sodio, potasio, amonio y cationes derivados de las alcanolaminas, tales como
5 monoetanolamina, dietanolamina y trietanolamina, que es la misma que en la anterior fórmula (II). Los ejemplos del arriba indicado sulfato alquilfenoxipolietenoxietílico son los sulfatos hexilfenoxipolietenoxietílico ($P_2 = 1 - 9$) sulfatos octilfenoxipolietenoxietílicos ($P_2 = 1 - 9$) sulfatos decilfenoxipolietenoxietílicos ($P_2 = 1 - 9$),
10 sulfatos undecilfenoxipolietenoxietílicos ($P_2 = 1 - 9$) y sulfatos tridecilfenoxipolietenoxietílicos ($P_2 = 1 - 9$). Particularmente los sulfatos octilfenoxi- di-, tri-, y tetra-etenoxietílicos y los sulfatos monilfenoxi- di-, tri- y tetraetenoxietílicos son preferidos.

La solución acuosa conteniendo solo un sulfato de alcoxi o alquilfenoxipolietenoxietílico (que será abreviado a continuación como "sulfato polietenoxietílico") tiene una considerable capacidad espumante, pero en el caso de que coexistan aceites de suciedad con el sulfato de polietenoxietilo, su capacidad espumante se reducirá notablemente. Significa, que la capacidad espumante de la solución lavadora es inferior cuando se usa para lavar vajillas ensuciadas con
15 aceite y en tales casos las amas de casa estiman que el detergente usado para la solución lavadora es de una detergencia pobre. Lo mismo puede decirse de un champú para lavar el cabello, al que se hubiera aplicado una pomada.
20

Sin embargo, de acuerdo con el presente invento si se añaden 1 - 100 partes de peso de la arriba descrita alquil-betaina a 100 partes de peso de un agente aniónico superficie-activo, comprendiendo el sulfato polietenoxietílico arriba citado se observará una acción sinérgica o cooperativa de las arriba citadas dos clases de
25 agentes superficie-activos en la detergencia y capacidad espumante
30

378699



de la composición detergente y, particularmente se ha encontrado que la resistencia de la capacidad espumante del detergente contra la su-
ciedad/^{aceitosa} podía mejorarse grandemente.

5 Ha llegado a conocerse que un agente aniónico superficie-activo,
del tipo de sulfato de polietenoxi es bastante suave respecto a la
piel humana entre los productos superficie-activos, que ahora se fa-
brican y consumen comercialmente en grandes cantidades, pero su acti-
vidad todavía no es satisfactoria. Se ha encontrado que la suavidad
para la piel humana puede aumentarse además grandemente añadiendo
10 la arriba descrita alquil betaina al agente aniónico superficie-acti-
vo del tipo de sulfato polietenoxílico.

La siguiente tabla 1 ilustra la detergencia y capacidad espuman-
te de detergente preparado por la adición de dodecildimetilbetaina a
una solución acusa del 25% (de peso) de sulfato sódico lauroxipoliete-
15 noxiético (P * 3) en varias proporciones de mezcla, en comparación
con aquellos preparados añadiendo amida de dietanol láurico en lugar
de la betina, como un ejemplo de agentes espumantes convencionalmente
usados.

De acuerdo con la siguiente tabla 1, se observa una diferencia
20 notable en la capacidad espumante, cuando coexisten aceites. El hecho
de que la capacidad espumante del detergente líquido, según el presen-
te invento, no se deteriora en la presencia de aceite, es muy ventajo-
sa en la práctica en casos tales como lavar platos, para ahorrar el
detergente que deba consumirse. En lo que sigue todos los tantos por
25 ciento son de peso.

Tabla 1

	Proporción de mezcla				
	<u>0</u>	<u>1</u>	<u>3</u>	<u>5</u>	<u>10%</u>
Capacidad espumante (mm)					
Amida de dietanol láurico	39	50	59	55	115
30 Dodecilmetilbetaina	-	56	117	130	178



378699

Detegencia (número de platos)

Amida de dietanol láurico	5	3	4	3	8
Dodecildimetilbetaina	-	5	6	9	12

Nota:

5 1. Capacidad espumante: La altura de la espuma (mm) de acuerdo con el método de Ross & Miles.

Concentración del detergente: 0,25%

Temperatura: 20°C

A la solución detergente se añadieron 0,1% de peso de mantequilla y se emulsionaron suficientemente.

10 2. Detergencia: Platos (de 25 cm. de calibre) a los que se aplicaron capas de aceite mixto, consistente en 90% de sebo de vaca, 9,5% de aceite para ensalada y 0,5% de un tinte fluorescente, soluble en aceite, y se lavaron con 3,5 litros de agua caliente conteniendo 0,25% de un detergente a 50°C empleando un cepillo; el lavado se detiene cuando
15 dos platos sucesivos se manchan con el tinte fluorescente, soluble en aceite y se registra el número de platos lavados por la solución.

20 La alquilbetaina, que debe usarse en el presente invento, tiene considerable detergencia y capacidad espumante por sí misma, pero si la alquilbetaina se añade al gente superficie-activo aniónico, arriba descrito, del tipo de sulfato polietenoxietílico, la detergencia y capacidad espumante se incrementarán, comparadas con aquellas en el agente activo aniónico solo, y la composición detergente preparada es inesperadamente suave para la piel humana.

25 En el presente invento, con la proporción de mezcla de la alquilbetaina menor que 1%, basada en la composición detergente, la propiedad protectora de la piel será insuficiente y la detergencia y la capacidad espumante de la mezcla se incrementan un poco. Por otra parte, la proporción de mezcla mayor que 50% no solo reducirá bastante la detergencia de la mezcla, sino que también es desventajosa económicamente.
30



Agentes auxiliares, tales como disolventes, solubilizadores, engrosadores, carboximetilcelulosa, tintes, perfumes, sales inorgánicas y agua pueden incorporarse en la composición del presente invento, similar a las composiciones convencionales de detergente líquido, tales como aquellas, que contienen un sulfonato de alquilbenceno como ingrediente principal. Cuando se usan disolventes, se indicará como ejemplo etanol y propileno glicol; como solubilizante, p-tolueno sulfonato, xilenosulfonatos, benzoatos y salicilatos pueden utilizarse. Como sales inorgánicas pueden usarse, por ejemplo, fosfatos, tales como pirofosfato de potasio y silicatos, tales como silicato de potasio.

A la composición del presente invento pueden añadirse agentes superficie-activos no iónicos, que no forman sales con alquilbetaina.

Como se ha descrito arriba, la arriba mencionada alquilbetaina muestra un sinergismo, capacidad espumante y suavidad a la piel humana, cuando se mezcla con el agente superficie-activo aniónico de sulfato polietenoxtilico y, como ventaja ulteriormente notable, la composición según el presente invento concede una excelente estabilidad a baja temperatura como detergente líquido. Han llegado a conocerse agentes superficie-activos anfotéricos del tipo de alanina como agentes superficie-activos, que muestran un sinergismo en detergencia, propiedad espumante, etc. cuando se mezclan con un producto aniónico superficie-activo, como se ha informado por C.O. Funderburk (E.I. Du Pont) en la patente de Estados Unidos No 2.833.722 (1958). Sin embargo, los agentes superficie-activos anfotéricos del tipo de alanina muestran una mala compatibilidad con los agentes aniónicos superficie-activos y, aún a temperatura ambiente, la mezcla resultará no homogénea o solidificada ni se convertirá en líquido. Además, en este caso una composición detergente líquida, estable a bajas temperaturas, no puede obtenerse, aún añadiendo solubilizantes con óxido, tales

378699



como alcoholes inferiores, sulfonatos de alquilbenceno inferiores y urea en la cantidad hasta saturación. Por el contrario, la alquilbetaina del presente invento tiene una excelente compatibilidad con el agente superficie-activo aniónico y una composición de detergente líquido con un más elevado contenido del producto superficie-activo eficaz, que posee una excelente estabilidad a baja temperatura a un pH más alto que 5,0 que pudo obtenerse fácilmente en el caso de la alquilbetaina del presente invento.

Ahora, los resultados finales de ensayos de hacer áspera la mano, efectuados con una alquilbetaina conteniendo una composición de detergente de acuerdo con el presente invento, se ilustrarán más abajo.

Método de ensayos:

Las palmas derecha e izquierda se sumergieron en la solución de detergente, que debía ensayarse, y se compararon mutuamente.

15 Número de personas experimentales:

Se utilizaron por lo menos 10 personas, por muestra, de los detergentes, que debían compararse.

Periodo de inmersión: 30 minutos/día y 2 días sucesivamente. El resultado fué juzgado a la mañana siguiente.

20 Concentración de la solución: 1,2% de solución de detergente.

Temperatura de inmersión: 40°C

Detergentes empleados:

(A) Sulfato de sodio lauroxilietenoxietílico ($\bar{P} = 3$)

(B) Sulfato de sodio lauroxilietenoxietílico ($\bar{P} = 3$) 5%

25 Dodecildimetilbetaina 5%

Evaluación: El cambio a la mano izquierda fué evaluado basándose en la mano derecha como sigue:

+ 2 mucho mejor

+ 1 mejor

30 0 similar

378699

16 ABR.



- 1 peor
- 2 mucho peor

El juicio se realizó sumando los valores evaluados: si las muestras son demasiado numerosas, el efecto principal puede ser calculado de acuerdo con el método estadístico propuesto por Scheffe.

Los resultados fueron como sigue:

Combinación de detergentes

Evaluación

	Mano izquierda	Mano derecha	-2	-1	0	+1	+2	Total	Juicio
10	A	B	1	6	3			-8	B fue + 16
	B	A			4	4	2	+8	basado en A

El invento se describirá con mayor detalle a continuación haciendo referencia a los siguientes ejemplos.

Ejemplo 1

15	Sulfato de sodio nnilfenoxipolietenoxietílico ($\bar{P} = 4$)	22,5%
	Dodecilmetilbetaina	4,5
	Etanol	10
	Perfume	0,2
	Pigmento	un poco
20	Agua	62,8

Se preparó un champú líquido de acuerdo con la fórmula arriba citada. El producto no cambió a 0°C durante largo tiempo y mostró una excelente estabilidad a baja temperatura y una excelente detergencia. En el caso, en que muchas amas de casa utilizaron este champú sucesivamente, enrojeció un poco las manos, y el pelo lavado era blando y suave. Así, estos resultados fueron muy satisfactorios para champú.

Ejemplo 2

	Sulfato de sodio lauroxipolietenoxietílico ($\bar{P} = 3-4$)	25%
	Dodecildipropilbetaina	5
30	Etanol	18

378699

16 ABR 1970



Perfume 0,2
 Agua 51,8

5 Un detergente líquido para limpiar platos se preparó según la fórmula arriba indicada. El producto no varió a -50C durante mucho tiempo y tuvo una buena estabilidad a baja temperatura y una excelente detergencia. Apenas irritó las manos de los usuarios después de usos sucesivos.

Ejemplo 3

10 La detergencia y capacidad espumante se ensayaron y compararon con varias composiciones binarias, consistentes en un agente aniónico superficie-activo y un agente anfotérico superficie-activo. Los resultados se ilustran en la tabla 2.

Los ensayos de la tabla 2 fueron ejecutados por los mismos métodos que los descritos en las notas al pie de la tabla 1.

Tabla 2

15

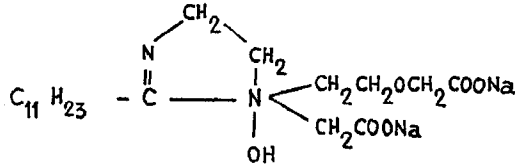
		Nº de ensayo									
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	
20	ANIONICO	Sulfato de sodio lauroxipolieteno xietílico (3)	25	25	25	25			25	25	
		Dodecilsulfato de sodio					25				
		Sulfonato de sodio dodecilbenceno						25			
		Estearato de sodio							25		
25	ANFOTERICO	Dodecildimetilbetaina	5			5	5	5			
		Derivado (1) de imidazol de cadena larga		5							
		Derivado (2) de imidazol de cadena larga			5						
		Hidrocloruro de dodecildiamino etilglicina				5					
		Dimetildodecilamina óxido						5	5		
		Detergencia (nº de platos efectivamente lavados)	9	4-5	4	0-1	4	5	1-2	10	9
30		Capacidad de espumante (mm, aceite añadido)	130	73	33	30	41	37	5	120	125

378699



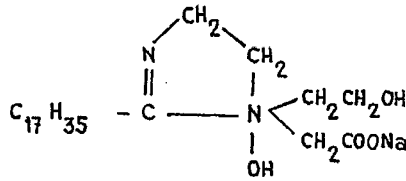
Nota: Este derivado (1) de imidazol de cadena larga está representado por la siguiente fórmula:

5



este derivado (2) de imidazol de cadena larga está representado por la siguiente fórmula:

10



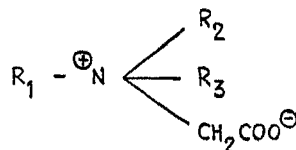
En la tabla 2, nº 1 es la composición del presente invento; los números 2-4 son composiciones consistentes en sulfato de sodio polietoxietílico y varios agentes superficie-activos anfotéricos; los números 5 - 7 son composiciones consistentes en dodecildimetilbetaina y varios agentes aniónicos superficie-activos; los números 8 y 9 son composiciones, comprendiendo un óxido de amina.

Como se puede ver claramente en la tabla 2, las composiciones nº 1 son las de mayor excelencia en la detergencia y capacidad espumante.

N O T A

EN RESUMEN: la presente patente de invención que por veinte años se solicita para España, ha de recaer sobre las siguientes reivindicaciones:

1ª.- Procedimiento para la preparación de una composición de detergente líquido, caracterizado por establecer una mezcla consistente esencialmente en 1-100 partes de peso de una alquilbetaina representada por la fórmula general



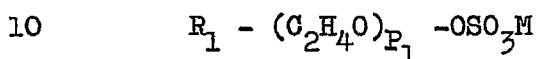
[Handwritten signature]
30

37869970



en que R_1 es un radical de alquilo, teniendo 10 - 18 átomos de carbono y R_2 y R_3 son radicales de alquilo inferior teniendo 1 - 3 átomos de carbono respectivamente y 100 partes de peso de un agente aniónico superficie-activo, seleccionado del grupo consistente en sulfato alcoxipolietenoxietílico, sulfatos alquilfenoxipolietenoxietílicos y sus mezclas.

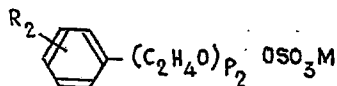
2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque dicho sulfato alcoxipolietenoxietílico es un compuesto representado por la fórmula general:



en que R_1 es un radical de alquilo o alqueno de una cadena recta o ramificada teniendo 8 - 18 átomos de carbono, P_1 es un número entero de 1 - 6, y M es un catión.

3ª.- Procedimiento según la reivindicación 2ª, caracterizado por que R_1 es un radical de alquilo o alqueno, teniendo de 11 a 14 átomos de carbono, P_1 es un número entero de 2 a 4, y M es un catión, seleccionado del grupo consistente en sodio, potasio, amonio y los cationes derivados de alcanolaminas.

4ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque dicho sulfato alquilfenoxipolietenoxietílico es un compuesto representado por la fórmula general



en que R_2 es un radical de alquilo teniendo 6 - 10 átomos de carbono, P_2 es un número entero de 1 - 9 y M es un catión.

5ª.- Procedimiento según la reivindicación 4ª, caracterizado por que R_2 es un radical de alquilo teniendo 8 - 9 átomos de carbono, P_2 es un número entero de 3 - 5, y M es un catión, seleccionado del grupo consistente en sodio, potasio, amonio, y los cationes derivados de alcanolaminas.

30

378690 ABR. 1970



6ª.- Por último se reivindica como objeto sobre el que ha de recaer la presente Patente de Invención que por veinte años se solicita registrar para España, - - - - -

p o r

5 " PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UNA COMPOSICION DE DETERGENTE LIQUIDO "

Todo conforme queda expresado en la presente Memoria Descriptiva que consta de trece hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid 16 ABR. 1970

P.A.,

PEDRO FELIX MAÑA
P.P.

A large, stylized handwritten signature in black ink, written over the typed name 'PEDRO FELIX MAÑA'.

A smaller, handwritten signature in black ink, located in the bottom left corner of the page.