

2

379665



14 MAR

MEMORIA DESCRIPTIVA

PATENTE DE INVENCION

DURACION : 20 AÑOS

OBJETO : " UN METODO PARA PRODUCIR UNA COMPOSICION DE-
TERGENTE AGLOMERADA"

A favor de : STAUFFER CHEMICAL COMPANY

Domicilio : 299, Park Avenue, NEW YORK (USA)

Nacionalidad: NORTEAMERICANA

Inventor : D. CLARK ADAMS SUMNER
.....

POOR
QUALITY



14 MAY. 1949

La presente invención se refiere, tal como indica, su enunciado, a un método para producir una composición detergente aglomerada, de acuerdo con la descripción que del mismo se realice, que ha de entenderse en su más amplio sentido y no restrictivamente.

5

Este invento está relacionado con un método para producir una composición detergente. Más particularmente, está relacionado con un proceso que utiliza ingredientes de composición detergente conocidos tales como, p.e.-
ingredientes detergentes para lavado para producir aglomerados de estos ingredientes, teniendo tal proceso varias ventajas sobre procesos de arte anteriores. Una tal ventaja es que es más económico que procesos de arte anteriores. Otra ventaja es que detergentes de lavado que tienen características similares a aquellas que se obtienen por procesos bien conocidos de secado por aspersión pueden obtenerse sin algunas de las desventajas de tales procesos.

10

15

La vasta mayoría de polvos detergentes para lavado se fabrican mediante el proceso de secado por aspersión porque los polvos secados por aspersión tienen muchas ventajas sobre los otros tipos. Estas ventajas pueden resumirse: a) La formulación no está limitada. Relativamente altas cantidades de materia activa pueden ser incorporadas; el carbonato sódico no es un ingrediente esencial, y la humedad y la densidad en volumen puede ser variada a gusto (dentro

20

25



14 MAY 1970

de límites definidos). b) Los polvos presentan una apariencia agradable y siendo ligeros, tienen más atractivos para la venta. c). Los polvos secados por aspersión son libres de polvo y fluyen libremente y no tienden a -
30 apelotonarse. Para formulaciones normales no se necesiten ferros interiores especiales para empaquetar. d) Porque -
consiste en perlas huecas, con un area de superficie -
grande, el polvo se disuelve al instante al añadirlo al agua. Esto es importante cuando se usan polvos en máquinas,
35 donde el ciclo de lavado puede ser tan bajo como 4 minutos. Si el polvo toma tiempo en disolverse, se pierde un valioso tiempo de lavado. También, en el lavado en pila, donde no tiene lugar ninguna agitación mecánica, -
porciones de polvo que no sean polvos secados por aspersión, pueden quedarse sin disolverse aun cuando la operación se ha terminado. e) Materiales sensibles al calor pueden manejarse con seguridad en una secadora por aspersión.

Hay disponibles muchos tipos de secadores por -
45 aspersión, tanto del tipo de chorro como del tipo de disco, y también usando modelos tanto de contra-corriente de aire como de aire concurrente. La mayoría, aunque no todos, los secadores por aspersión para polvos detergentes son del dicho tipo de contra-corriente de aire, tipo de -
50 aspersión a chorro, que producen una perla grande con un-



14 MAY

mínimo de polvo y una densidad por volumen media.

55 Sin embargo, los procesos de secado por aspersión para la preparación de detergentes para lavado tienen la desventaja, entre otras, que el secador por aspersión - que se necesita en el proceso implica una gran desembolso de capital.

60 El otro proceso principal para la preparación de polvos detergentes para lavado implica la absorción de un surfactante por sales inorgánicas en mezcladoras de polvos perlados convencionales tales como mezcladores de cinta, - mezcladoras de arado, incorporadas o mezcladoras a tornillo.

65 Este método para producir polvos es cargar la mezcladora con ingredientes secos, empezar la mezcla, y bombear (o escanciar) un surfactante líquido a través de un chorro dentro del polvo poco a poco mientras se mezcla. El grado de adición del surfactante líquido debe ajustarse - de modo que el líquido sea absorbido cuando llega al surfactante del polvo; si no, se formarán pelotas cristalinas duras.

70 Después que se ha añadido todo el líquido, se continúa mezclando durante por lo menos 15 minutos. En general el envejecimiento sirve al propósito de permitir que - los cristales se formen y enfrien.

75 En este método, un polvo que fluye libremente, -



libre de pelotas es lo que se desea, y generalmente se ob-
tiene; pero si alguno de los ingredientes secos originales
contuviera una cantidad apreciable de pelotas, será nece-
sario pasar el polvo a través de un molino de martillo -
80 después del envejecimiento.

Este proceso permite que solamente una cantidad
limitada de materia activa sea incorporada al polvo, y da
materiales con solamente una aplicación limitada en usos-
domésticos.

85 La composición detergente para lavado preparada
por el proceso de este invento es de fluido libre, no cua-
jable y no desmenuzable. Los detergentes para lavado con -
características similares a las que se obtienen con el pro-
ceso de secado por aspersión se obtienen sin el gasto del
90 secador por aspersión. Varias de las limitaciones de proce-
sos que implican absorción quedan vencidas.

Un objeto del presente invento es preparar median-
te un proceso singular que implica la aglomeración deter-
gente para lavado con características similares a los tan
95 conocidos detergentes secados por aspersión.

Otro objeto del presente invento es la prepara-
ción de una composición detergente para lavado de tamaño de
partículo controlable, de fluido libre y que no se cuaje.

Todavía otro objeto de este invento es la prepa-
100 ración de un aglomerado de ingredientes detergentes para -



lavado que sea homogéneo, no segregante y sustancialmente libre de polvo, en una operación por lotes o continua.

105 Otro objeto es proporcionar un proceso para la-
preparación de composiciones detergentes para lavado en -
las que sea posible en una operación mezclar ingredientes
particulados, y entonces añadir un material surfactante -
líquido, como se explicará más adelante, y hacer en una -
base continuada el producir y empaquetar una composición-
detergente para lavado.

110 Estos y otros objetos se llevan a cabo de acuer-
do con el presente invento de la manera siguiente. General-
mente, en una operación continuada, los ingredientes de una
composición detergente para lavado seco, en forma particu-
lada tal como en polvo o forma cristalina fina, se cargan
115 a una cama de material que se aglomera en una zona de aglo-
meración apta. Una zona de aglomeración preferida compren-
de una zona confinada cilíndrica elongada que gira sobre -
su eje longitudinal y que se adapta con medios aptos para-
mantener una caída de cortina entina de los ingredientes
120 detergentes en comunicación entre una porción superior de-
la zona confinada y una cama del material mantenida en la-
porción inferior de la misma. Un material surfactante lí-
quido, definido más adelante, de la composición, se asper-
ja como gotas discretas a través de una boquilla o boqui-
125 llas adecuadas. Las gotas entonces se ponen en contacto -



130 con los ingredientes particulados en la caída de cortina, preferiblemente de una densidad constante, mojando así las partículas para formar aglomerados, preferiblemente sin que se asperje el material surfactante líquido a alguna parte del aparato que es usado. Las partículas humedecidas caen a la cama de material que se mantiene en la parte inferior de la zona de aglomeración donde se someten a un tuido que rompe los aglomerados grandes que se forman, que son muy pocos, en partículas de tamaño uniforme deseables.

135 La acción de rotación y volteo de la cama produce partículas aglomeradas del detergente para lavado del tamaño deseado. El tamaño de las partículas de los aglomerados puede variarse controlando la proporción de rotación del tambor, el tiempo de rotación y la cantidad de líquido surfactante aplicada.

140

Más específicamente refiriéndose a los planos, con particular referencia inicial a la Fig. 1, el aparato puede generalmente comprender una estructura 10 teniendo una cama ajustable angularmente 12, medio de fuerza de acción de dos direcciones 14 a la cama posicionada selectivamente 12 a cualquier ángulo deseado relativo a la horizontal un tambor cilíndrico 16, medios 18 y 20 para rotativamente soportar el tambor en la cama 12, y medios de transmisión de velocidad variable 22, 24 y 26 para rotación del tambor.

145

150



155

160

165

170

175

El tambor 16 comprende: un casco o pared cilíndrico exterior 28; una plancha anular de fondo 32 que define una apertura de alimentación 34 a través de la cual se cargan los ingredientes particulados 36; una plancha anular de fondo 38 que define una apertura de descarga 40 a través de la cual la composición detergente aglomerada 44 se descarga a través de la tolva 42; una veleta transportadora espiral 52 para mover los ingredientes particulados y/o las partículas aglomeradas parcialmente 36 a través del tambor hacia la apertura de alimentación 34; y una veleta transportadora espiral 46 para mover los ingredientes particulados 36 y/o partícula aglomerada 44 hacia la apertura de descarga 40; una línea de alimentación 56 provista de una pluralidad de boquillas de aspersión espaciadas 58 (Fig. 2); y un haz cilíndrico de varillas cilíndricas espaciadas 60 puestas en paralelo que desarrollan la caída de cortina continua y son llevados entre las veletas transportadoras 46 y 52 y posicionadas entre las planchas de fondo del tambor 32 y 38. Puede apreciarse que, excepto la línea de alimentación 56, los componentes del tambor 16 giran juntos como una unidad integral.

Los ingredientes que son útiles en la preparación de composiciones detergentes para lavado son bien conocidas para aquellos que son diestros en este arte. Han sido descritos en numerosos artículos y patentes.



A 4 M 31

180 Especificamente, los ingredientes para composiciones detergentes, especialmente composiciones detergentes para lavado, que pueden hacerse por el proceso de este invento, incluyen los siguientes A) Fosfato alcalino condensado. B) silicatos de potasio o de sodio, C) sales solubles neutrales. D) surfactante, y opcionalmente. E) alcalinos y F) tales materiales como sintetizantes inorgánicos insolubles y aditivos de propósito especial.

185 Los fosfatos condensados alcalinos preferiblemente son aquellos que tienen un Na_2O o K_2O a P_2O_5 en proporción de alrededor de 1:1 a 2:1. Más preferiblemente, son los pirofosfatos y polifosfatos, los más deseables son aquellos que hidratan rápidamente. El más preferido fosfato alcalino condensado es el tripolifosfato de sodio. 190 Cerca de 15 a 70 partes por peso del fosfato alcalino condensado por 100 partes es útil en la composición, preferentemente la cantidad es entre 30 y 60 parte por peso, Los fosfatos alcalinos condensados pueden usarse en forma anhidrida o en una forma hidratada o en parte hidratada, 195 preferiblemente la forma anhidrida.

200 Los silicatos de sodio o de potasio preferiblemente son aquellos que tienen una proporción de Na_2O a K_2O a SiO_2 de entre 1:3.75 a 2:1. Más preferidos son los silicatos de sodio con proporción de Na_2O a SiO_2 de entre 1:2.5. Preferiblemente entre 0.5 y 20 partes por peso.



14 MAY

205 silicato (en una base anhidrida) por 100 partes de deter-
gentes debe ser usado. Una proporción preferible es de -
alrededor de 1 a 10. El silicato puede usarse en su forma
anhidrida o en su forma de hidrato o como una solución en-
agua de estas formas, o en una combinación de aquellas.

Las soluciones de silicatos en agua son conoci-
das como silicatos líquidos y normalmente son los silicatos
de sodio que tienen proporciones $\text{Na}_2\text{O}:\text{SiO}_2$ que van desde -
alrededor de 1:1.60 hasta alrededor de 1:3.75.

210 Los surfactantes que son útiles en la práctica -
de este invento son bien conocidos por aquellos que son -
versados en el arte y han sido descritos en numerosas refe-
rencias de patentes y literatura; así los surfactantes in-
cluyen surfactantes de tipo iónico y de tipo no iónico. -

215 Los de tipo iónico están descritos en la Enciclopedia de -
Tecnología Química de Kirk-Othmer, Vol. 3, "Agentes Activos
en superficie", páginas 513-536 (1954), y los de tipo de -
iónico están descritos en la misma referencia en el Segundo
Volumen Suplementario, "Surfactante No Iónico", páginas -

220 490-522 (1960). Las clases preferidas de surfactantes de -
tipo no iónico son los condensados de óxido de etileno -
alquil fenol y los condensados de óxido de etileno del al-
cohol graso.

225 Si se desea preparar un detergente para lavado de
alta espuma", una clase preferida de surfactante son las -



sales de sodio o de potasio de los llamados "ácidos sulfónico alquil aril", mas preferiblemente las sales de sodio. Los ácidos sulfónicos alquil aril, que son útiles para preparar las sales son un grupo reconocido de compuestos químicos y son bien conocidos de aquellos que son diestros en el arte.

La mayoría de estos compuestos son el producto de sulfonación de un núcleo aromático alquilado, y este producto es neutralizado con sosa caústica para preparar la clase de agentes activos en superficie aniónicos conocidos como alquilarenesulfonatos o comúnmente sulfonatos alquil aril.

Estos ácidos sulfónicos alquil aril están descritos en numerosos artículos literarios, por ejemplo, en la Enciclopedia de Tecnología Química de Kirk-Othmer, Vol. 12, "Sulfonación y Sulfación", paginas 317-337, y "Agentes Activos en Superficie", paginas 513-523.

Los ácidos sulfónicos alquil aril preferidos son aquellos en que el grupo alquil es recto o en ramas y contiene de 10 a 18 ambos incluso átomos de carbono, y el grupo aril de benzeno. Las sales de sodio de los de cadena recta son el tipo "biodegradable". Otra clase preferida son los llamados ácidos sulfónicos alfa olefin, particularmente los enseñados en Estados Unidos nº 3,332,874 al nº 3.332.880 ambos inclusive, incorporados aquí como referen-



255 cia. El ácido sulfónico alquil aril preferido es el sulfonato dodecílbenzeno, en el que para su fabricación, la fracción de petróleo usada para formar la cadena lateral es tan escogida como para tener un peso molecular medio que corresponde a doce átomos de carbono, pero es, desde luego, una mezcla.

260 Alrededor de 8 a 30 partes por peso de la sal de sodio de dicho ácido sulfónico alquil aril por 100 partes detergente es útil en la práctica de este invento. Se prefiere usar de 15 a 25 partes por peso por 100 partes detergente.

265 Si se desea preparar un detergente para lavado de "espuma baja", una clase preferida de surfactante que se usa es el tipo de surfactante no iónico. Alrededor de 1 a 15 partes por peso de surfactante no iónico por 100 partes detergente es útil en la práctica de este invento. Se prefiere usar de 3 a 10 partes por peso por 100 partes detergente.

270 Si menos de 10% por peso de dicho surfactante no iónico es el único surfactante chorreado, entonces también hay que chorrear agua para inducir la aglomeración.

275 El término "alcalis" incluye hidróxido de sodio, carbonato de sodio, bicarbonato de sodio, sesquicarbonato de sodio, borato de sodio (borax) o sus análogos de potasio.



280 El término "sales solubles neutrales", incluye sulfato de sodio y cloruro de sodio. Alrededor de 1 a 60 partes por peso de la sal soluble neutral por 100 partes detergente es útil. Se prefiere usar de 1 a 3 partes por peso de la sal soluble neutral por 100 partes del detergente.

285 Preferiblemente los productos detergentes delo procedo de este invento contienen fosfato condensado alcalino, silicato de potasio o de sodio, el surfactante y opcionalmente, uno o más ingredientes adicionales incluyendo álcalis.

Varios ingredientes opcionales pueden también incluirse para varios propósitos especiales.

290 Estos materiales incluyen constructores inorgánicos insolubles, tales como barros; varios constructores orgánicos y aditivos para propósitos especiales como celulosa carboximetil de sodio; agentes secuestradores de metal pesado; constructores de espuma y estabilizadores; aditivos solubilizadores; agentes para blanquear o pulir ópticos; inhibidores de corrosión, y otros incluyendo enzimas.

295 Excluidos específicamente de las composiciones detergentes que pueden prepararse por el proceso de este invento son los compuestos que contienen cloro activo.

300 El compuesto conteniendo cloro activo imparte



14 MAY 19

305

una acción germicida, blanqueadora, encofrada de agua y removedora de proteínas a las composiciones detergentes. Ellas incluyen fosfato trisódico clorinado, ácido triclororiorianúrico, la sal de sodio del ácido diclorocianúrico, la sal de potasio del ácido diclorocianúrico, hipoclorito de sodio y 1,3-dicloro-5, 5-dimetil-hidantoin.

310

Normalmente, se prefiere vender detergentes tales como los "detergentes mezclados en masa", en distinción de "detergentes secados a chorro", con todos los ingredientes hidratables completamente hidratados; por lo tanto, en la práctica de este invento si todos los ingredientes hidratables tales como el fosfato condensado alcalino no están completamente hidratados, es preferible hidrarlos durante el proceso de este invento.

315

Los ingredientes de la composición detergente preferida se combinan como sigue: De acuerdo con un método, todos los ingredientes particulados que incluyen los fosfatos condensados alcalinos, silicatos de potasio o de sodio, y sales solubles neutrales, y si se desea, álcalys y otros ingredientes particulados opcionales se mezclan en el aglomerado.

320

Luego, el surfactante líquido se chorrea a una caída de cortina de los ingredientes particulados.

325

El agua se puede chorrear lo mismo antes, que -



durante o después de chorrear el líquido surfactante para hidrar los ingredientes hidratables. Preferiblemente, el surfactante se añade a los ingredientes particulados que no están completamente hidratados.

330 Como se indica anteriormente, si menos del 10% por peso de un surfactante no iónico se usa como el único surfactante, entonces también hay que chorrear agua en la continua caída de cortina de material particulado para conseguir la aglomeración de los ingredientes deter-
335 gentes secos. El agua puede chorrear antes, durante, o después del chorreo del surfactante no iónico siempre que cuando es simultáneamente chorreado con el surfactante no iónico, se usa un medio de chorreo por separado, por ejemplo, uno similar al descrito aquí.

340 Generalmente, tamaño de los aglomerados que se pueden producir en la práctica de este invento es entre alrededor de 10 y alrededor de 60 tamaño malla de los - Estados Unidos, preferiblemente un tamaño de malla entre -
345 12 y alrededor de 40 se produce. Normalmente, el tamaño de la partícula del ingrediente seco en polvo usado en - la preparación de los aglomerados es alrededor de 100 tamaño de malla de los Estados Unidos.

 Habiendo así descrito el invento en sus términos generales, ahora se hace referencia a la figura del plano
350 que describe un aparato preferido para llevar a cabo el--



proceso del presente invento. El aparato preferido se describe aquí y se ilustra en la figura del plano.

355 Los siguientes ejemplos servirán para ilustrar el proceso de este invento. Las cantidades de los ingredientes están expresadas en libras, a menos que se indique otra cosa.

EJEMPLO I

360 Una aglomeración representativa de detergente para lavado de "espuma alta" se lleva a cabo en lote en el aparato aglomerado, similar al que se muestra en los planos y descrito anteriormente usando la receta siguiente:

1) Ingredientes particulados

- 365 Tripolifosfato de sodio 40
- sulfato de sodio 19
- Sosa 19
- Celulosa carbometil 1,5

2) Sal de sodio de sulfonato

- dodecil benzeno de cadena
- bifurcada 20

370 3) Silicato de sodio líquido 8,0

375 Primero, los ingredientes particulados son mezclados en el aglomerador. Después, la sal de sodio del sulfonato dodecil benzeno de cadena bifurcada se chorrea hacia una caída en cortina de los ingredientes particulados mezclados de las boquillas de chorreo 58 a una presión



de 80 p.s.i. a una temperatura de alrededor de 180°F. en
alrededor de 2 a 5 minutos. Después, el silicato de sodio
líquido se chorrea de manera similar a la del sulfonato -
por cerca de 10 minutos.

380 La rotación se continua por cerca de 30 minu-
tos para enfriar los aglomerados resultantes.

EJEMPLO II

385 Una aglomeración representativa de un detergen-
te para lavado de "espuma baja" se lleva a cabo en lote
en un aparato aglomerador similar al mostrado en los pla-
nos y descrito anteriormente usando la receta siguiente:

1) Ingrediente particulados

	Tripolifosfato de sodio	338
	Sulfato de sodio	128
390	Sosa	128
	Celulosa carbometil	2
	2) Surfactante no iónico	55
	3) Agua	34
	4) Silicato de sodio líquido	60
395	5) Agua	10

Primero los ingredientes particulados son pre-
mezclados en el aglomerador. Después el surfactante no ió-
nico se chorrea hacia la caída de cortina de los materia-
les particulados secos mezclados desde boquillas de chorro
400 rreo 58 a una presión de alrededor de 60 p.s.i., a una -



405

temperatura de cerca de 140°F. en cerca de 3 minutos. Después, de una manera similar, 34 libras de agua se chorrean a una presión de cerca de 30 p.s.i. a la temperatura ambiente durante 2 minutos. También, de una manera similar, el silicato de sodio líquido, se chorrea a cerca de 60-80 p.s.i. a una temperatura de cerca de 140-150°F. durante 5 minutos. Finalmente, de una manera similar, 10 libras adicionales de agua se chorrean como antes.

410

La rotación se continúa durante cerca de 30 minutos para enfriar los aglomerados resultantes. Los aglomerados resultantes tienen una densidad en masa de 43 libras por pie cúbico y un contenido de humedad de 7.12%.

415

Muchos de tales surfactantes líquidos son sólidos o pastas a temperatura ambiente. Antes de ser chorreados como se describe anteriormente han de ser licuados por calor.

420

En la alternativa, dicho surfactante puede usarse en su forma sólida y por lo tanto debe ser incluido como uno de los ingredientes particulados secos. En este evento, un "material líquido" debe chorrearse de boquillas de chorreo 58 en lugar de tal surfactante líquido para causar aglomeración de los ingredientes detergentes particulados secos como se describe anteriormente.

425

El término "material líquido" tal como se usa aquí quiere decir agua per se o una solución acuosa de



14 M
cualquiera de dichos ingredientes detergentes secos, por ejemplo, una solución del dicho silicato de potasio o de sodio.

430 Describa suficientemente la naturaleza de la presente invención, se hace constar expresamente que cualquier modificación de detalle que pudiera introducirse se considerará incluida dentro de la misma, en tanto no altere fundamentalmente sus principales características.

435 Por último, se declaran de novedad y propia invención las siguientes:

REIVINDICACIONES

440 1ª).- UN METODO PARA PRODUCIR UNA COMPOSICION DETERGENTE AGLOMERADA, caracterizado esencialmente porque se cargan ingredientes particulados secos en una zona de aglomeración, manteniendo una continua caída de cortina de los ingredientes en dicha zona, poniendo en contacto tales ingredientes en dicha caída de cortina con un material líquido, más precisamente un surfactante líquido, para aglomerar el material particulado, manteniendo una cama de volteo de ingredientes detergentes en aglomeración en la base de dicha caída de cortina y retirando material aglomerado de la zona de aglomeración.

450 2ª).- UN METODO PARA PRODUCIR UNA COMPOSICION DETERGENTE AGLOMERADA, según la reivindicación 1ª, caracterizado por el hecho de que los ingredientes detergentes-



son aquellos útiles en la preparación de detergentes para lavados y el surfactante líquido es un surfacten iónico o no iónico.

455 3*).- UN METODO PARA PRODUCIR UNA COMPOSICION
DETERGENTE AGLOMERADA, según las reivindicaciones anteriores, caracterizado por el hecho de que el material líquido es la sal de sodio de un sulfonato alquil aril, preferentemente sulfonato dodecil benzeno.

460 4*).- UN METODO PARA PRODUCIR UNA COMPOSICION
DETERGENTE AGLOMERADA, según la reivindicación 1ª, caracterizado por el hecho de que la retirada de material aglomerado de la zona de aglomeración se realiza de manera -
continuada.

465 5*).- UN METODO PARA PRODUCIR UNA COMPOSICION
DETERGENTE AGLOMERADA.



44M

Todo ello, tal y como queda expuesto en la presente memoria descriptiva, que consta de veintiuna hojas, foliadas y mecanografiadas por una sola de sus caras y a dos espacios y hoja de planos adjunta.

470

Madrid, 14 de Mayo 1.970

LUIS M. DE ZUNZUNEGUI
POR PODER

14 MAY

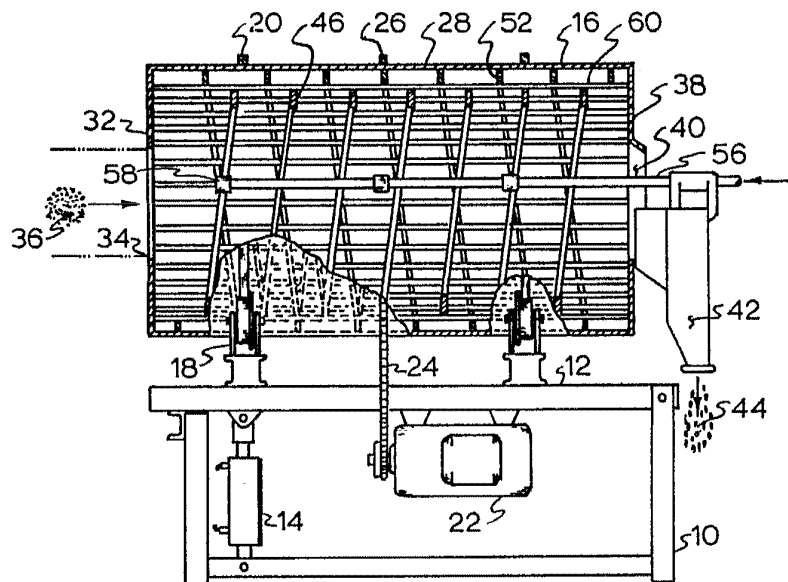


FIG. 1

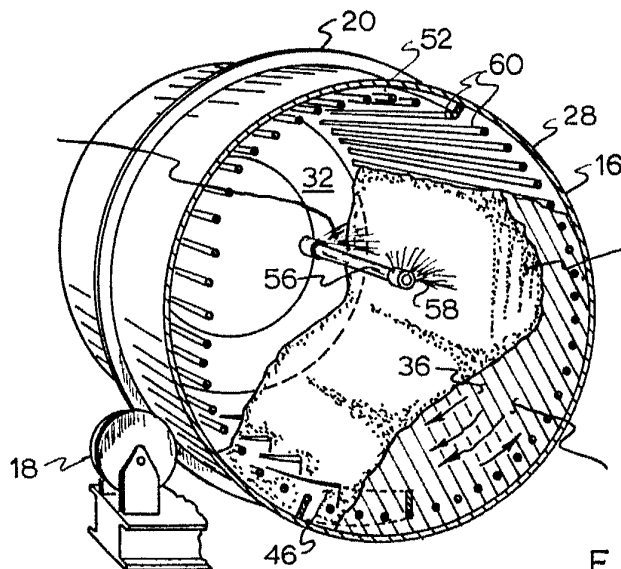


FIG. 2

E.VARIABLE.

MADRID, MAYO 1970.

LUIS M. DE ZUNZUNES
POR PODER