

400849



Int. Cl.²: C11D

400849

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de un a

PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: UNILEVER N.V.

RESIDENCIA: Museumpark 1, ROTTERDAM, Holanda

ENUNCIADO: UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UNA COMPOSICION DETERGENTE

Prioridad: Patente britanica n.º 7090/71 del 17-3-71

AM

400849

16



1

Esta invención se refiere a composiciones deter-
gentes y especialmente a composiciones detergentes para el
lavado de tejidos, que incorporan reforzantes de la deter-
gencia.

5

10

15

20

25

30

En la actualidad, se está ejerciendo una presión
considerable sobre los fabricantes de composiciones deter-
gentes para que reduzcan la cantidad de compuestos fosfora-
dos en dichas composiciones. Esta situación ha surgido de-
bido a la sugerencia de que el uso de compuestos fosforados
en las composiciones detergentes es un factor que contribu-
ye al fenómeno de la eutroficación. Estos compuestos se en-
cuentran generalmente en las composiciones detergentes como
reforzantes de la detergencia. Durante muchos años, el re-
forzante de la detergencia más comúnmente empleado ha sido
el tripolifosfato sódico y es a este compuesto en particu-
lar al que se ha culpado de la contribución de las composi-
ciones detergentes a los problemas de eutroficación. Es co-
rriente que las composiciones detergentes contengan de 30
a 50 % en peso de tripolifosfato sódico. El tripolifosfato
sódico es un reforzante de la detergencia muy eficiente y
también puede ser fabricado económicamente. De aquí que en
la actualidad se plantee la necesidad de un sustituto del
tripolifosfato sódico que pueda ser utilizado para producir
composiciones detergentes que limpien eficientemente pero
que no interfieran adversamente con el ambiente humano.

Uno de los factores que afectan a la detergencia
de una composición detergente para el lavado de tejidos es
la concentración a la cual la composición detergente se usa
en la solución acuosa, conocida como líquido de lavado, en
la que se lava el tejido. Esta concentración es denominada

400849

16



1 algunas veces "concentración de uso" de la composición de-
tergente. A las concentraciones de uso más comúnmente en-
contradas, la presencia en una composición detergente de
5 un reforzante de la detergencia mejora la detergencia glo-
bal de la composición detergente. Sin embargo, la presencia
de un reforzante de la detergencia es especialmente impor-
tante si la concentración de uso es baja, por ejemplo infe-
rior a alrededor de 0,15 % en peso, especialmente en las
zonas de aguas duras. Las concentraciones de uso varían en
10 tre amplios límites de una zona a otra y de un país a otro,
dependiendo en gran parte de las condiciones locales bajo
las que se realiza el lavado del tejido. En la actualidad
existe una tendencia hacia la adopción de concentraciones
de uso bajas. A no ser que la detergencia de una composi-
15 ción detergente para el lavado de tejidos, utilizada a con-
centraciones de uso bajas, sea adecuadamente reforzada, se
obtienen resultados de lavado muy malos.

Sin embargo, mediante esta invención se ha encon-
trado que la detergencia de una composición detergente para
20 el lavado de tejidos, cuando se utiliza a una concentración
de uso baja, puede ser satisfactoriamente reforzada emplean-
do un silicato de metal alcalino soluble en agua, si la com-
posición detergente contiene también cantidades especiales
de un componente activo detergente apropiado.

25 Hasta ahora, se han propuesto los silicatos de
metales alcalinos como reforzantes de la detergencia. Sin
embargo, aunque los silicatos de metales alcalinos pueden
formar complejos con los iones de magnesio del agua dura,
estos silicatos tienen poco efecto sobre el ión calcio con-
30 tenido en el agua dura. La mayoría de los agentes activos

400849¹⁶



1 detergents convencionales, como los jabones de metales al-
calinos y los alquilbenzosulfonatos de metales alcalinos
que han sido utilizados ampliamente en las composiciones de
tergents para el lavado de tejidos en el pasado, forman sa
5 les cálcicas relativamente insolubles en agua con las aguas
duras. Como resultado de ello, se ha encontrado que las com-
posiciones detergents para el lavado de tejidos que contie-
nen solamente estos agentes activos detergents convencio-
nales y que están reforzadas total o casi totalmente con si-
10 licatos de metales alcalinos, lavan los tejidos con gran ine-
ficacia cuando se utilizan a las concentraciones de uso ba-
jas.

Una composición detergente de acuerdo con esta
invención comprende, en peso, alrededor de 35 a 80 % de un
15 componente activo detergente, preferiblemente alrededor de
55 a 75 %, de cuyo componente por lo menos alrededor del
20 % en peso es un agente activo detergente no iónico, un
agente activo detergente a base de un éter-sulfato solu-
ble en agua o un agente activo detergente a base de olefin-
20 sulfonato soluble en agua y alrededor de 10 a 40 % en peso
de un silicato de metal alcalino, preferiblemente alrededor
de 10 a 30 %, cuya alcalinidad es tal que una solución acuo-
sa que contiene 0,1 % en peso de la composición detergente
tiene un pH no inferior a 9 aproximadamente.

25 Los agentes activos detergents no iónicos adeua-
dos son los alcoholes grasos alcoxilados, preferiblemente
alcoholes monohídricos alifáticos sustancialmente lineales,
que contienen alrededor de 10 a 18 átomos de carbono, pre-
feriblemente alrededor de 10 a 15, y de 5 a 15 unidades de
30 óxido de alquileo por molécula, preferiblemente alrededor



400849

18 MAR 1977

1 de 7 a 12, y los alquifenoles alcoxilados cuyas cadenas
alquílicas contienen alrededor de 8 a 16 átomos de carbono
y de 5 a 15 unidades de óxido de alquilleno por molécula. Se
5 prefiere el óxido de etileno, aunque pueden utilizarse mez-
clas de óxido de etileno y óxido de propileno. Son ejemplos
de alcoholes grasos alcoxilados adecuados los derivados de
los alcoholes n-decílico, n-undecílico, n-dodecílico (laurí-
lico), n-tridecílico, n-tetradecílico (miristílico), n-pen-
tadecílico, n-hexadecílico (cetílico), n-heptadecílico (mar-
10 garílico) y n-octadecílico (estearílico) y a partir de mez-
clas de alcoholes derivadas de fuentes naturales como se-
bos, aceite de coco, aceite de palma, aceite de semilla de
palma, aceite de babasú, aceite de cacahuet y aceite blando.
También pueden utilizarse los alcoholes sintéticos, como los
15 producidos por los procesos "Ziegler" y "Oxo". Son ejemplos
de alquifenoles alcoxilados adecuados los derivados de p-
n-octilfenol, p-n-nonilfenol, p-n-decilfenol, p-n-undecilfe-
nol, p-n-dodecilfenol, p-n-tridecilfenol, p-n-tetradecilfe-
nol, p-n-pentadecilfenol y p-n-hexadecilfenol.

20 Los agentes activos detergentes a base de sulfa-
tos de éteres alquílicos, solubles en agua, que son adecua-
dos en esta invención son las sales solubles en agua, como
las de metales alcalinos, amonio y amonio sustituido, pero
preferiblemente las sales sódicas, de ácidos alquil-éter-sul-
25 fúricos derivados de la sulfatación de alcoholes alcoxilados,
especialmente los derivados de alcoholes monohídricos alifá-
ticos, primarios o secundarios, sustancialmente lineales y
conteniendo alrededor de 10 a 18 átomos de carbono, prefe-
riblemente alrededor de 10 a 15 átomos de carbono y alrede-
30 dor de 1 a 12 unidades de óxido de alquilleno por molécula y



400849

1 preferiblemente alrededor de 1 a 7 unidades. Se prefiere
el óxido de etileno, aunque pueden utilizarse las mezclas
de óxido de etileno y óxido de propileno. Pueden utilizar-
se, a voluntad, alquil-éter-sulfatos derivados de alcoholes
5 de una sola longitud de cadena o de mezclas de alcoholes
con longitudes de cadena diferentes. Son ejemplos de alquil-
éter-sulfatos adecuados los derivados de los alcoholes n-de-
cílico, n-undecílico, n-dodecílico (laurílico), n-tridecí-
lico, n-tetradecílico (miristílico), n-pentadecílico, n-he-
10 xadecílico (cetílico), n-heptadecílico (margarílico) y n-
octadecílico (estearílico) y las mezclas de alcoholes de-
rivadas de fuentes naturales tales como sebos, aceite de co-
co, aceite de palma, aceite de semilla de palma, aceite de
babasú, aceite de cacahuet y aceite blando.

15 Los agentes activos detergentes a base de olefin-
sulfonatos, solubles en agua, que son adecuados en esta in-
vención son las sales solubles en agua, como las de metales
alcalinos, amonio y amonio sustituido pero preferiblemente
las sales sódicas, formadas cuando la mezcla de ácidos ob-
20 tenida en la sulfonatación de olefinas es neutralizada e hi-
drolizada completa o casi completamente. Pueden utilizarse
olefinas vinilidénicas, α , internas localizadas o estadísti-
cas, pero se prefieren especialmente las α -olefinas. Prefe-
riblemente, las olefinas deben contener entre 12 y 20 áto-
25 mos de carbono y todavía mejor entre 14 y 18 átomos de car-
bono. Las olefinas deben estar constituidas casi por comple-
to por α -olefinas mono-insaturadas de cadena lineal. Las α -
olefinas que se encuentran en el mercado proceden generalmen-
te del proceso "cera craqueada", en el que las olefinas son
30 extraídas de un destilado parafínico craqueado o del proce-



400849

1 so "Ziegler", en el que las olefinas son sintetizadas por
polimerización de un hidrocarburo insaturado de bajo peso
molecular, como etileno, empleando un catalizador Ziegler
o similar. Alternativamente, las olefinas pueden ser prepa
5 radas por deshidratación de los alcoholes primarios forma
dos, por ejemplo, por hidrogenación de los ésteres de los
ácidos grasos naturales, como los obtenidos por saponifica
ción de aceites y grasas animales o vegetales o las olefi
nas pueden ser preparadas por deshidrogenación de parafinas
10 aunque este último proceso no es el preferido. Preferible
mente, para los fines de esta invención deben utilizarse
los olefinsulfonatos derivados de las olefinas Ziegler, ya
que normalmente las olefinas Ziegler contienen alrededor
del 90 % en peso de α -olefinas y solamente contienen una
15 cantidad insignificante de materia de cadena ramificada. Sin
embargo, también son adecuadas las olefinas de cera craquea
da, ya que éstas contienen generalmente entre 85 y 90 % en
peso de α -olefinas, junto con pequeñas cantidades de olefi
nas internas y diolefinas. Las olefinas empleadas para pre
20 parar los olefinsulfonatos para uso en esta invención deben
contener una proporción tan alta como sea posible de α -ole
finas lineales y si en la actualidad se dispusiera de α -ole
finas al 100 %, serían ideales. Sin embargo, la tecnología
actual es incapaz de producir este material. El experto en
25 la técnica de sulfonatación está familiarizado con este pro
blema y el uso de la expresión " α -olefinsulfonato" será en
tendido en el sentido de que el material discutido procede
de un material olefínico que prácticamente en su totalidad
está constituido por α -olefinas, como las olefinas de cera
30 craqueada o las olefinas Ziegler. Por lo tanto, se observa-



400849 18

1 rá que en esta memoria el término " α -olefinsulfonato" se
utiliza para describir las mezclas de olefinsulfonatos pro-
cedentes de la sulfonatación de las α -olefinas existentes
5 en el mercado. Los α -olefinsulfonatos son mezclas de varios
compuestos, comprendidos diversos hidroxialcanosulfonatos
así como disulfonatos y una proporción importante de alque-
nosulfonatos. La proporción de 2-hidroxialcanosulfonatos en
la mezcla debe mantenerse lo más baja posible, preferible-
mente inferior al 5 % del peso de la mezcla. Por el contra-
rio, con frecuencia es preferible mantener la proporción
10 de 3-hidroxialcanosulfonato lo más alta posible, de prefe-
rencia superior al 20 % en peso de la mezcla e incluso me-
jor superior al 30 % del peso de la mezcla. Una descripción
detallada de los tipos y cantidades de los diversos ingre-
dientes comúnmente encontrados en los α -olefinsulfonatos
15 se encuentra en la patente estadounidense nº 3.332.880.
Aunque en general el olefinsulfonato, como se ha explicado
anteriormente, procederá de α -olefinas, debe observarse que
cuando las α -olefinas se dejan en presencia de productos
20 ácidos, como ocurre en los procesos de sulfonatación discon-
tínua, puede producirse cierta isomerización y formarse ole-
finas en las que el doble enlace no es terminal. Se obser-
vará que los productos que contienen pequeñas proporciones
de olefinsulfonatos procedentes de olefinas con un doble en-
25 lace no terminal todavía se encuentran dentro de los límites
de esta invención. La olefina puede ser sulfonatada por mu-
chos métodos diferentes, por ejemplo en tanques reactores
agitados o en reactores de película descendente. El agente
de sulfonatación preferido es una mezcla de trióxido de azu-
30 fre y aire, aunque pueden utilizarse otros agentes, tales



400849

1 como "oleum".

5 El componente activo detergente en una composición detergente de esta invención puede estar constituido por uno de los tipos esenciales de agente activo detergente antes citados o por una mezcla de los tipos esenciales citados o bien por una mezcla de uno o más de los tipos esenciales citados con uno o más de otros diversos tipos de agentes activos detergentes adicionales, preferiblemente los definidos a continuación.

10 Los tipos adecuados de agentes activos detergentes adicionales que pueden ser incorporados al componente activo detergente de una composición detergente de esta invención son:

15 (a) alquilbenzosulfonatos, es decir sales solubles en agua, como las de metales alcalinos, amonio y amonio sustituido pero preferiblemente las sales sódicas, de ácidos alquilbenzosulfónicos cuyas cadenas alquílicas son preferiblemente lineales y contienen alrededor de 8 a 20 átomos de carbono, preferiblemente alrededor de 10 a 16 átomos de carbono, tales como ácidos p-n-decilbenzosulfónico, p-n-dodecilbenzosulfónico, p-n-tetradecilbenzosulfónico y p-n-hexadecilbenzosulfónico y los ácidos alquilbenzosulfónicos más fácilmente asequibles en el mercado, en los que las cadenas alquílicas contienen una gama de átomos de carbono comprendida, por ejemplo, entre 11 y 15 y 11 y 16, con pequeñas proporciones de sustancias de cadena más larga y más corta;

25 (b) alquilsulfatos, es decir sales solubles en agua, como las de metales alcalinos, amonio y amonio sustituido pero preferiblemente las sales de sodio, de ácidos

30

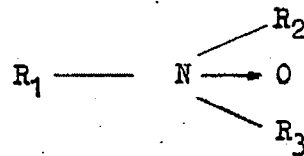
400849



1 alquilsulfúricos obtenidos en la sulfonatación de alcoholes
 alifáticos. Los alcoholes son preferiblemente lineales y
 pueden ser primarios o secundarios, debiendo contener alrede
 5 dor de 8 a 20 átomos de carbono, preferiblemente alrededor
 de 10 a 18 átomos de carbono, tales como los alcoholes n-de
 cílico, n-undecílico, n-dodecílico (laurílico), n-tridecíc
 lico, n-tetradecílico (miristílico), n-pentadecílico, n-he
 10 xadecílico (cetílico), n-heptadecílico (margarílico) y n-oc
 tadecílico (estearílico) y las mezclas de alcoholes deriva
 dos de fuentes naturales como sebos, aceite de coco, aceite
 de palma, aceite de semilla de palma, aceite de babasí, acei
 te de cacahuet y aceite blando así como alcoholes sintéti
 cos, como los producidos por los procesos "Ziegler" y "Oxo"; y

(c) óxidos de amina como los de fórmula general:

15



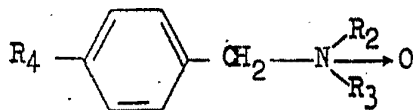
20

donde R_1 es un grupo alquilo o alquenilo mono-insaturado
 C_{10} a C_{22} y R_2 y R_3 son grupos alquilo C_1 a C_4 o hidroxial
 20 quililo C_2 a C_3 . R_1 es preferiblemente un grupo lineal. Son
 ejemplos de grupos R_1 adecuados los siguientes: n-decilo,
 n-undecilo, n-dodecilo, n-tridecilo, n-tetradecilo, n-pen
 tadecilo, n-hexadecilo, n-heptadecilo, n-octadecilo, n-nona
 25 decilo, n-eicosilo, n-uncosilo y n-docosilo y son ejemplos
 de grupos R_2 y R_3 adecuados los siguientes: metilo, etilo,
 n-propilo, isopropilo, n-butilo, isobutilo, hidroxietilo e
 hidroxin-propilo, estando unidos los grupos hidroxil de los
 grupos hidroxietilo al átomo de carbono alejado del átomo
 de nitrógeno de un óxido de amina y pueden utilizarse los
 30 óxidos de amina de fórmula general:

400849¹⁶



1



5

donde R_4 es un grupo alquilo o alqueniilo mono-insaturado C_8 a C_{18} y R_2 y R_3 son los mismos que en la fórmula anterior. Son ejemplos de grupos R_4 apropiados los siguientes: n-octilo, n-nonilo, n-decilo, n-undecilo, n-dodecilo, n-tridecilo, n-tetradecilo, n-pentadecilo, n-hexadecilo, n-heptadecilo y n-octadecilo.

10

De las diversas combinaciones posibles de los tipos citados de agente activo detergente, son especialmente preferidos los componentes activos detergentes constituidos completamente por un olefinsulfonato o por un 80 % en peso de olefinsulfonato como mínimo, siendo el resto un agente activo detergente no iónico o por un 50 % en peso como mínimo de un alquilbenzosulfonato siendo el resto un agente activo detergente no iónico.

15

20

El silicato de metal alcalino es preferiblemente silicato sódico con una relación ponderal $\text{Na}_2\text{O}:\text{SiO}_2$ de 1:1 a 1:3 aproximadamente, de preferencia de 1:1 a 1:2 aproximadamente. Es especialmente adecuado un "silicato sódico alcalino" con una relación ponderal $\text{Na}_2\text{O}:\text{SiO}_2$ de 1:2 aproximadamente.

25

30

Además del componente activo detergente esencial y del silicato de metal alcalino, si se desea la composición detergente de la invención puede contener cantidades del orden de hasta el 10 % del peso de la composición de reforzantes conocidos de la detergencia como tripolifosfato sódico, ortofosfato sódico, pirofosfato sódico, trimetafosfato sódico, etano-1-hidroxi-1,1-difosfonato sódico, car

400849



1 bonato sódico, carboximetiloxisuccinato sódico, citrato sódico, oxidiacetato sódico, nitrilotriacetato sódico, etilendiaminotetraacetato sódico, sales sódicas de ácidos dicarboxílicos de cadena larga, por ejemplo ácidos succínicos y
5 ácidos malónicos de cadena lineal (C₁₀ a C₂₀), sales sódicas de ácidos monocarboxílicos de cadena larga α -sulfonados, sales sódicas de ácidos policarboxílicos, es decir ácidos derivados de la polimerización o copolimerización de
10 ácidos carboxílicos insaturados y anhídridos carboxílicos insaturados, como ácido maleico, ácido acrílico, ácido itacónico, ácido metacrílico, ácido crotónico y ácido aconítico y los anhídridos de estos ácidos y también derivados de la copolimerización de los ácidos y anhídridos citados con
15 pequeñas cantidades de otros monómeros, como cloruro de vinilo, acetato de vinilo, metacrilato de metilo, acrilato de metilo y estireno, y almidones modificados como almidones oxidados, por ejemplo empleando hipoclorito sódico, en los que algunas unidades de anhidroglucosa se han abierto para
20 dar unidades dicarboxílicas.

20 Asimismo, aparte del componente activo detergente y de los reforzantes de la detergencia, una composición detergente de la invención puede contener cualquiera de los aditivos convencionales para las composiciones detergentes para el lavado de tejidos, en cualquiera de las cantidades
25 en que estos aditivos son normalmente empleados en las composiciones detergentes para el lavado de tejidos. Son ejemplos de estos aditivos los estimulantes de la espuma como alcanolamidas, especialmente las etanolamidas derivadas de los ácidos grasos de la semilla de palma y de los ácidos
30 grasos del coco, depresores de la espuma, agentes contra la

400849



1 redeposición como carboximetilcelulosa sódica, agentes blan-
queadores que liberan oxígeno como perborato sódico y per-
carbonato sódico, agentes blanqueadores que liberan cloro
5 como ácido tricloroisocianúrico y sales de metales alcali-
nos de ácido dicloroisocianúrico, sales inorgánicas como
sulfato sódico y, habitualmente en cantidades muy pequeñas,
inhibidores de la corrosión, fluorescentes, perfumes, enzi-
mas, germicidas y pigmentos.

Una composición detergente de la invención puede
10 prepararse utilizando cualquiera de las técnicas de manufac-
tura convencionales comúnmente empleadas o propuestas para
la preparación de composiciones detergentes, tales como for-
mación de una papilla seguido de secado por atomización o
enfriamiento por atomización y posterior dosificación en
15 seco de los ingredientes sensibles cuya incorporación no es
adecuada antes de la etapa de secado. Cuando sea necesario,
pueden utilizarse otras técnicas convencionales como forma-
ción de macarrones, granulación o mezclado por fluidifica-
ción en un lecho fluidificado. Estas técnicas son familiares
20 a los expertos en la manufactura de composiciones detergentes.

Empleando estas técnicas de manufactura convencio-
nales, puede prepararse una composición detergente de la
invención en cualquiera de las formas físicas comunes aso-
ciadas a las composiciones detergentes, como polvos, esca-
25 mas, gránulos, macarrones, pastillas, barras y, en algunos
casos, líquidos, con la excepción, como observarán los ex-
pertos en la técnica, de que en general no será posible ob-
tener polvos satisfactorios a partir de las composiciones
detergentes de la invención que incorporan grandes propor-
30 ciones de agentes activos detergentes no iónicos.



400849

1 Los siguientes ejemplos, en los que todas las partes y porcentajes se dan en peso, ilustran el hecho de que las composiciones detergentes de esta invención poseen una capacidad de lavado de tejidos comparable con la de las composiciones detergentes convencionales que contienen grandes cantidades de tripolifosfato sódico.

EJEMPLOS 1 a 6

5 Se preparan seis composiciones detergentes de acuerdo con la invención (Ejemplos 1 a 6) y otras dos composiciones detergentes (Ejemplos comparativos A y B), con las siguientes formulaciones esenciales:

Componentes	Ej.	%							
		1	2	3	4	5	6	A	B
Componente activo detergente ¹		75	75	75	75	75	75	75	18
Silicato sódico alca lino (relación Na ₂ O:SiO ₂ 1:2)		15	15	15	15	15	15	15	6
Tripolifosfato sódico		-	-	-	-	-	-	-	50
Sulfato sódico, fluorocentes, agentes contra la redeposición, agua, etc hasta		100	100	100	100	100	100	100	100

- 15
- 20
- 25
- 30
- 1 Ejemplo 1: α -olefinsulfonato sódico C₁₄
 " 2: α -olefinsulfonato sódico C₁₆
 " 3: α -olefinsulfonato sódico C₁₈
 " 4: α -olefinsulfonato sódico C₁₄₋₁₈
 " 5: lauril-éter-sulfato sódico 1 OE
 " 6: un agente activo detergente no iónico (un alcohol alifático secundario C₁₁₋₁₅ etoxilado, conteniendo 9 unidades de óxido de etileno) vendido bajo el nombre comercial "Tergitol 15-S-9"
 Ejemplo comparativo A: Alquilbenzosulfonato sódico (DOB-055 sulfonatado, obtenido de la Shell Chemicals Limited)
 " " B: "

400849



1972

1 La eficacia detergente de cada composición detergen
 te fué determinada utilizando las composiciones detergentes
 para el lavado de unos paños de ensayo (pañós de poliéster-
 algodón 50/50 manchados con una suciedad artificial prepa-
 5 rada principalmente a partir del polvo recogido en un aspi-
 rador) en un aparato Teng-O-Tometer (proporcionado por la
 U.S. Testing Co. Inc.). La eficacia detergente se calcula a
 partir de las lecturas de la reflectancia.

Las condiciones de lavado de los tejidos son las si-
 10 guientes:

Lavado: 10 minutos de duración a 90 ciclos/minuto

Temperatura: 50°C

Líquido de lavado: 1000 ml de agua con una dureza de
 18° (relación Ca:Mg 2:1) conte-
 niendo 0,1 % en peso de la compo-
 sición detergente y con un pH de 10

15 Número de paños usados: 4 (cada uno de 11 x 15 cm
 aproximadamente)

Aclarado: aclarado manual durante 2 minutos

temperatura: 50°C

agua: dureza 18° (relación Ca:Mg 2:1)

20 Las eficacias detergentes de las 8 composiciones de-
 tergentes fueron las siguientes:

<u>Composición</u>	<u>Eficacia detergente (%)</u>
Ejemplo 1	36,1
" 2	39,5
25 " 3	37,3
" 4	41,7
" 5	41,5
" 6	39,0
Ejemplo comparativo A	26,7
30 " " B	40,6

400849



1

Estos resultados demuestran que las composiciones detergentes de los Ejemplos 1 a 6, que incorporan grandes proporciones de agentes activos detergentes y están reforzadas con silicato sódico de acuerdo con la invención, se comparan muy favorablemente en cuanto a su eficacia detergente con una composición detergente convencional (Ejemplo comparativo B) reforzada con 50 % de tripolifosfato sódico.

5

10

Sin embargo, la composición detergente del Ejemplo comparativo A, análoga a las composiciones de los Ejemplos 1 a 6 a excepción de que contiene un componente activo detergente, (constituido exclusivamente por alquilbenzosulfonato sódico) no de acuerdo con esta invención, presenta una eficacia detergente relativamente baja.

15

EJEMPLOS 7 y 8

Se preparan dos composiciones detergentes de acuerdo con la invención (Ejemplos 7 y 8) y otras dos composiciones detergentes (Ejemplos comparativos C y D), con las siguientes formulaciones esenciales:

20

<u>Componentes</u>	<u>Ej.</u>	<u>%</u>			
		<u>7</u>	<u>8</u>	<u>C</u>	<u>D</u>
Componente activo detergente ¹		50	50	50	18
Silicato sódico alcalino (relación Na ₂ O:SiO ₂ - 1:2)		15	15	15	6
Tripolifosfato sódico		-	-	-	40
Sulfato sódico, fluorescentes, agentes contra la redeposición, agua, etc. hasta		100	100	100	100

25

¹ Ejemplo 7: α -olefinsulfonato sódico C₁₄₋₁₈
 " 8: lauril-éter-sulfato sódico 1 OE

30



400849

16 MAR 1960

1 Ejemplo comparativo C: alquilbenzosulfonato sódico (DOB-055 sulfonatado, obtenido de la Shell Chemicals Limited)

" " D: " "

5 Estas cuatro composiciones detergentes fueron sometidas al mismo procedimiento de ensayo utilizado en los ejemplos anteriores, obteniéndose los siguientes resultados de la eficacia detergente:

	<u>Composición</u>	<u>Eficacia detergente (%)</u>
	Ejemplo 7	37,6
10	Ejemplo 8	39,4
	Ejemplo comparativo C	26,1
	" " D	38,4

15 Las composiciones detergentes de acuerdo con la invención (Ejemplos 7 y 8) se comparan favorablemente con la composición detergente convencional del Ejemplo comparativo D, pero el mal comportamiento de la composición detergente del Ejemplo comparativo C demuestra de nuevo que los alquilbenzosulfonatos no son adecuados para ser utilizados solos en las composiciones detergentes reforzadas solamente con silicatos de metales alcalinos.

EJEMPLOS 9 a 13

Se preparan cinco composiciones detergentes de acuerdo con la invención (Ejemplos 9 a 13), con las siguientes formulaciones:

<u>Componentes</u>	<u>Ej.</u>	<u>%</u>				
		<u>9</u>	<u>10</u>	<u>11</u>	<u>12</u>	<u>13</u>
Componente activo detergente ¹		75	75	75	75	75
Silicato sódico alcalino (relación Na ₂ O:SiO ₂ - 1:2)		15	15	15	15	15

30



Componentes	Ej.	%				
		9	10	11	12	13
Sulfato sódico, fluorescenc tes, agentes contra la re deposición, agua, etc. hasta		100	100	100	100	100

- 1
- 5
- 10
- 15
- Ejemplo 9: Agente activo detergente no iónico (un alcohol alifático primario C₁₂₋₁₅ etoxilado, conteniendo siete unidades de óxido de etileno) vendido bajo el nombre comercial "Dobanol 25-7"
- " 10: un agente activo detergente no iónico (un alcohol alifático primario C₁₄₋₁₅ etoxilado, conteniendo nueve unidades de óxido de etileno) vendido bajo el nombre comercial "Dobanol 45-9"
- " 11: un sulfato sódico de alcohol alifático secundario C₁₄₋₁₅ etoxilado, conteniendo cinco unidades de óxido de etileno y vendido bajo el nombre comercial "Tergitol 45-S-5 sulfato"
- " 12: un sulfato sódico de alcohol alifático secundario C₁₁₋₁₅ etoxilado, conteniendo tres unidades de óxido de etileno y vendido bajo el nombre comercial "Tergitol 15-S-3 sulfato"
- " 13: un sulfato sódico de alcohol alifático secundario C₁₁₋₁₅ etoxilado, conteniendo cinco unidades de óxido de etileno y vendido bajo el nombre comercial "Tergitol 15-S-5 sulfato".

20

En estas composiciones detergentes se compara la eficacia detergente frente a la composición del Ejemplo comparativo B anterior, utilizando las condiciones de ensayo ya descritas. Se obtuvieron los siguientes resultados:

Composición	Eficacia detergente (%)
Ejemplo 9	52,4
" 10	47,2
" 11	48,1
" 12	53,3
" 13	46,8
Ejemplo comparativo B	45,4

25

30

Estos resultados demuestran que las composiciones detergentes de los Ejemplos 9 a 13 poseen unas eficacias detergentes iguales o mejores que las de una composición de



400849

1 tergente convencional reforzada con 50 % en peso de tripoli-
fosfato sódico.

EJEMPLOS 14 a 18

5 Se preparan cinco composiciones detergentes de
acuerdo con la invención, con las siguientes formulaciones:

<u>Componentes</u>	<u>Ej.</u>	<u>%</u>				
		<u>14</u>	<u>15</u>	<u>16</u>	<u>17</u>	<u>18</u>
Componente activo detergen- te 1		75	75	60	75	60
10 Silicato sódico alcalino (re- lación Na ₂ O:SiO ₂ - 1:2)		15	7,5	25	-	-
Metasilicato sódico (relación Na ₂ O:SiO ₂ - 1:1)		-	7,5	-	15	25
Sulfato sódico		10	10	15	10	15
15 Fluorescentes, agentes contra la redeposición, perfumes, agua, etc. hasta		100	100	100	100	100

15 1 α-olefinsulfonato sódico C₁₄₋₁₈

20 Las eficacias detergentes de estas composicio-
nes detergentes fueron determinadas a una concentración del
producto de 0,1 %, por el método de ensayo utilizado en los
ejemplos anteriores, empleando la composición detergente de
Ejemplo comparativo B como control. Se obtuvieron los si-
guientes resultados.

<u>Composición</u>	<u>Eficacia detergente (%)</u>
Ejemplo 14	58,9
25 " 15	59,6
" 16	59,8
" 17	60,4
" 18	66,2
Ejemplo comparativo B	57,9

30 Estos resultados demuestran que las composiciones



400849

1 detergents de los Ejemplos 14 a 18 poseen todas unas efica cias detergentes por lo menos iguales a las de la compo sición de control.

5 Se utilizó un lote diferente de paños de ensayo, dando lugar a valores globales de las diversas efica cias detergentes más altos que los encontrados en los ejemplos anteriores; sin embargo, la clasificación relativa de las composiciones detergentes en función de su comportamiento concuerdan con la de los ejemplos anteriores.

10 EJEMPLOS 19 a 21

Se preparan tres composiciones detergentes de acuerdo con la invención, con la siguiente formulación esen cial:

<u>Componente</u>	<u>%</u>
15 Componente activo detergente ¹	75
Silicato sódico alcalino (relación Na ₂ O:SiO ₂ - 1:2)	15
Sulfato sódico	10
Fluorescentes, agentes contra la redeposi ción, agua, etc. hasta	100

20 1 El componente activo detergente está formado por las si guientes mezclas, calculadas como porcentajes del componen te activo detergente total:

<u>Ejemplo</u>	<u>19</u>	<u>20</u>	<u>21</u>
25 α-Olefinsulfonato sódico C ₁₄₋₁₈	75	50	25
Compuesto activo detergente no iónico (un alcohol alifático secundario C ₁₁₋₁₅ etoxi lado, conteniendo nueve unidades de óxido de etileno) vendido bajo el nombre comer cial "Tergitol 15-S-9"	25	50	75

30 La efica cia detergente de cada composición deter gente fué determinada después mediante el siguiente procedi miento de ensayo, utilizando de nuevo la composición deter

400849



1 gente del Ejemplo comparativo B como control:

5 Como paños de ensayo se utilizaron unos discos de 2 cm de diámetro de batista de algodón desprovista de apresto, manchados con un sebo sintético radiactivo en el que el componente marcado era el ácido palmítico 1-C¹⁴. La suciedad fué depositada sobre los discos en la proporción de 1,5 % en peso por evaporación de 0,03 cc de una solución al 1,5 % del sebo sintético en benceno. Los discos se lavaron en un aparato Terg-O-Tometer (proporcionado por U.S. Testing Co. Inc.), bajo las siguientes condiciones:

- 10 Agitación 70 rpm
- Concentración de la composición 0,15 %
- 15 Agua de 18° de dureza (relación Ca:Mg 2:1) 25 ml
- Temperatura 45°C
- Periodo de lavado 10 minutos
- pH 10
- Relación de paño a líquido 1:850

20 La eficacia detergente fué evaluada contando la radiactividad de cada disco (un minuto para cada lado) con un tubo Geiger-Müller, antes y después del lavado. Después de corregir el fondo y el tiempo de parálisis en cada recuento, se tomó un promedio de ambas caras para dar las

25 cuentas corregidas de A₁ (antes de lavar) y A₂ después de lavar. A continuación se calculó la eficacia detergente mediante la siguiente ecuación:

$$\text{Eficacia detergente} = \frac{A_1 - A_2}{A_1} \times 100$$

30 Se obtuvieron los siguientes resultados:

400849¹ 6 MAR 1972



	<u>Composición</u>	<u>Eficacia detergente (%)</u>
1	Ejemplo 19	68,5
	" 20	66,6
	" 21	71,4
5	Ejemplo comparativo B	64,2

Estos resultados demuestran que las composiciones detergentes de los Ejemplos 19 a 21 poseen unas eficacias detergentes comparables o mejores que las de una composición detergente convencional conteniendo una gran cantidad de tripolifosfato sódico.

EJEMPLOS 22 y 23

Se preparan dos composiciones detergentes de acuerdo con la invención, con la misma formulación esencial que en los Ejemplos 19 a 21, en las que los componentes activos detergentes están constituidos por los siguientes ingredientes:

<u>Ejemplo</u>	<u>22</u>	<u>23</u>
Alquilbenzosulfonato sódico (DOB 055 sulfonatado, obtenido de la Shell Chemicals Ltd)	75 %	25 %
20 Compuesto activo detergente no iónico (como el usado en los Ejemplos 19 a 21)	25 %	75 %

Las eficacias detergentes de estas dos composiciones detergentes fueron determinadas empleando el procedimiento de ensayo descrito en los Ejemplos 1 a 6, utilizando como controles la composición detergente del Ejemplo comparativo B y también una composición detergente (denominada Ejemplo comparativo E) con la misma formulación esencial que en los Ejemplos 22 y 23 pero en la que el componente activo detergente estaba constituido solamente por el alquilbenzosulfonato sódico. Se obtuvieron los siguientes resultados,

400849



1 indicando que la presencia del compuesto activo detergente no iónico en el componente activo detergente mejora considerablemente la eficacia detergente de las composiciones.

	<u>Composición</u>	<u>Eficacia detergente (%)</u>
5	Ejemplo 22	54,3
	" 23	54,5
	Ejemplo comparativo B	58,4
	" " E	45,7

EJEMPLOS 24 y 25

10 Se preparan dos composiciones detergentes de acuerdo con la invención, con la misma formulación esencial que en los Ejemplos 19 a 21, en la que los componentes activos detergentes están constituidos por los siguientes ingredientes:

	<u>Ejemplo</u>	<u>24</u>	<u>25</u>
15	Alquilbenzosulfonato sódico (como en los Ejemplos 22 y 23)	50 %	25 %
	Sulfato de alcohol etoxilado primario C ₁₂₋₁₅ , conteniendo tres unidades de óxido de etileno, vendido bajo el nombre comercial "Dobanol 25 sulfato 3 OE"	50 %	75 %

20 Las eficacias detergentes de estas dos composiciones detergentes fueron determinadas empleando el procedimiento de ensayo descrito para los Ejemplos 19 a 21, utilizando los Ejemplos comparativos B y E como controles. Se obtuvieron los siguientes resultados:

	<u>Composición</u>	<u>Eficacia detergente (%)</u>
25	Ejemplo 24	66,7
	" 25	74,4
	Ejemplo comparativo B	64,2
	" " E	48,4

30

400849



EJEMPLO 26

Se realizó un ensayo de lavado a máquina práctico utilizando una composición detergente de acuerdo con la invención, preparada a partir de los siguientes componentes:

<u>Componentes</u>	<u>Partes</u>
α -Olefinsulfonato sódico C ₁₄₋₁₈	75
Silicato sódico alcalino (relación Na ₂ O:SiO ₂ - 1:2)	15
Sulfato sódico	9
Carboximetilcelulosa sódica	1

Como control se utilizó una composición detergente preparada a partir de los siguientes componentes:

<u>Componentes</u>	<u>Partes</u>
Alquilbenzosulfonato sódico (DOB. 055 sulfonado, obtenido de la Shell Chemicals Ltd)	18
Tripolifosfato sódico	50
Silicato sódico alcalino (relación Na ₂ O:SiO ₂ - 1:2)	6
Sulfato sódico	16
Carboximetilcelulosa sódica	1

La lavadora era una máquina doméstica comercial cargada por arriba. Las composiciones detergentes se utilizaron a unas concentraciones de producto de 0,15 % y 0,2 % en agua con una dureza de 18° (relación Ca:Mg 2:1) y se utilizó una carga de artículos de colada sucios constituida por toallas de algodón, servilletas de té y fundas de almohadas. Después de lavados y secados en la cuerda, los artículos de colada fueron examinados por un panel que estableció los comportamientos relativos de las dos composiciones detergentes. Se obtuvieron los siguientes resultados, indicando que en una situación práctica la composición detergente de la invención se compara muy favorablemente con la composi-

400849



1 ción de control convencional.

(a) Número de miembros del panel en favor de cada composición detergente, utilizada a una concentración del producto del 0,15 %:

5

	<u>Ejemplo 26</u>	<u>Control</u>	<u>Sin preferencias</u>
Toallas	1	2	3
Servilletas de té	5	0	1
Fundas de almohada	<u>2</u>	<u>4</u>	<u>0</u>
Puntuación total	8	6	4

10 (b) Número de miembros del panel en favor de cada composición detergente, utilizada a una concentración del producto de 0,2 %:

15

	<u>Ejemplo 26</u>	<u>Control</u>	<u>Sin preferencias</u>
Toallas	2	1	3
Servilletas de té	2	2	2
Fundas de almohada	<u>2</u>	<u>1</u>	<u>3</u>
Puntuación total	6	4	8

20 Se obtuvieron resultados análogamente buenos cuando se ensayó la composición detergente del Ejemplo 26, en la misma lavadora, a una concentración del producto de 0,15 % en agua con una dureza de 9° (relación Ca:Mg 2:1) frente a una composición de control similar.

25 En resumen, la Patente de Invención que se solicita deberá recaer sobre las siguientes:

30

400849 16 MAR 1972



REIVINDICACIONES

1

1. Un procedimiento para la preparación de una composición detergente que comprende un componente activo detergente y un silicato de metal alcalino, cuyo procedimiento está caracterizado por:

5

(a) el componente activo detergente constituye alrededor de 35 a 80 % del peso de la composición detergente y el componente activo detergente propiamente dicho comprende, sobre el peso del componente activo detergente, por lo menos alrededor de 20 % de un agente activo detergente no iónico, un agente activo detergente soluble en agua a base de éster-sulfato o un agente activo detergente soluble en agua a base de olefinsulfonato y

10

15

(b) el silicato de metal alcalino constituye alrededor de 10 a 40 % del peso de la composición detergente y es de una alcalinidad suficiente para que una solución acuosa que contiene 0,1 % en peso de la composición detergente presente un pH no inferior a 9 aproximadamente.

20

2. Un procedimiento según la Reivindicación 1, caracterizado porque el silicato de metal alcalino es un silicato sódico con una relación ponderal $\text{Na}_2\text{O}:\text{SiO}_2$ comprendida entre 2:1 y 1:3 aproximadamente.

25

3. Un procedimiento según la Reivindicación 2, caracterizado porque el silicato sódico tiene una relación ponderal $\text{Na}_2\text{O}:\text{SiO}_2$ comprendida entre 1:1 y 1:2 aproximadamente.

30

4. Un procedimiento según la Reivindicación 3, caracterizado porque el silicato sódico tiene una relación ponderal $\text{Na}_2\text{O}:\text{SiO}_2$ de 1:2 aproximadamente.

5. Un procedimiento según cualquiera de las pre-



400849

1 cedentes reivindicaciones, caracterizado porque el componen
te activo detergente constituye alrededor de 55 a 75 % del
peso de la composición detergente.

5 6. Un procedimiento según cualquiera de las pre-
cedentes reivindicaciones, caracterizado porque el sillica-
to de metal alcalino constituye alrededor de 10 a 30 % del
peso de la composición detergente.

10 7. Un procedimiento según la Reivindicación 6,
caracterizado porque el silicato de metal alcalino consti-
tuye alrededor de 15 a 25 % del peso de la composición de-
tergente.

15 8. Un procedimiento según cualquiera de las pre-
cedentes reivindicaciones, caracterizado porque el agente
activo detergente no iónico es un alcohol monohídrico alifá-
tico etoxilado, sustancialmente lineal, que contiene alre-
dedor de 10 a 18 átomos de carbono y de 5 a 15 unidades de
óxido de etileno, el agente activo detergente a base de
éter-sulfato es un alcohol monohídrico alifático sustancial-
mente lineal, etoxilado y sulfatado, que contiene alrededor
20 de 8 a 16 átomos de carbono y alrededor de 1 a 10 unidades
de óxido de etileno y el olefinsulfonato es un α -olefinsul-
fonato sustancialmente lineal que contiene alrededor de 12
a 20 átomos de carbono.

25 9. Un procedimiento según cualquiera de las pre-
cedentes reivindicaciones, caracterizado porque el componen-
te activo detergente está constituido solamente por un agen-
te activo detergente a base de un éter-sulfato.

ME

30 10. Un procedimiento según cualquiera de las Rei-
vindicaciones 1 a 8, caracterizado porque el componente ac-
tivo detergente está constituido solamente por un agente

400849¹⁶



1 activo detergente a base de olefinsulfonato.

5 11. Un procedimiento según cualquiera de las Reivindicaciones 1 a 8, caracterizado porque el componente activo detergente incorpora hasta el 80 % en peso de un agente activo detergente soluble en agua a base de alquilbenzosulfonato y/o de un agente activo detergente soluble en agua a base de un alquilsulfato.

10 12. 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.

15 Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente memoria descriptiva que consta de veintiocho páginas mecanografiadas.

Madrid 16 de Marzo de 1972

BERNARDO UNGRIA
p.p.

20

25

30

me