

406052



406052

P.- 51.717

British Appln.  
39660/71

Int. Cl.<sup>2</sup>: C11D

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar PATENTE DE INVENCION por VEINTE años

a nombre de COLGATE-PALMOLIVE COMPANY

entidad norteamericana

con domicilio en 300 Park Avenue, Nueva York, N.Y.  
10022, Estados Unidos de América.

por: "METODO PARA PRODUCIR BARRAS DETERGENTES MEJORADAS"  
(Clase Internacional C11d)



406052

La invención se refiere en líneas generales a barras de detergente que tienen mejores propiedades dispersantes de grumos, así como buen poder espumante. Más específicamente, la invención se refiere a barras de detergente que comprenden una combinación de un jabón y un detergente sintético dispersante de grumos, que son consistentes, no pegajosas y agradables de usar.

Es bien sabido que cuando se usa jabón de tocador ordinario en agua dura, es decir, agua con una concentración relativamente alta de metales magnesio y calcio, usualmente tiene lugar la formación y precipitación de una espuma o grumo insoluble. Este grumo, conocido comúnmente como jabón de cal, incluye sales coaguladas insolubles de ácidos grasos, y se observa comúnmente en los lavabos o bañeras en forma de una espuma que se adhiere a las paredes en forma de un cerco antiestético.

Se ha sugerido combinar jabón y un detergente sintético, que tenga propiedades dispersantes del jabón de cal, en forma de barra, para evitar la formación de los muy indeseables grumos de jabón de cal. Sin embargo, el uso de grandes cantidades de detergente sintético en combinación con jabón da como resultado en general el perjudicar o eliminar propiedades deseables del jabón, tales como poder espumante, consistencia y ausencia de pegajosi

406052



dad. Además, la inclusión de grandes cantidades de de-  
tergente sintético en las barras de jabón causa usual-  
mente dificultades de fabricación y un coste sustancial-  
mente mayor.

5                   Según la invención se proporciona un nuevo  
detergente sintético, que cuando se combina con jabón  
en cantidades previamente determinadas produce una ba-  
rra combinada que muestra una tendencia sustancialmen-  
te reducida a formar grumos de jabón de cal cuando se  
10                   usa en agua dura. Además, las nuevas barras combinadas  
conservan buen poder espumante, son no pegajosas y agra-  
dables de usar.

                  La clase de jabón usada para preparar la ba-  
rra mejorada de combinación de jabón-detergente no es  
15                   crítica, y no ha de considerarse una limitación de la  
invención. Puede emplearse cualquiera de los jabones so-  
lubles en agua, derivados de ácidos grasos animales o ve-  
getales, y formulados para uso industrial, doméstico y  
de tocador. Para formular la parte del jabón de las nue-  
20                   vas barras combinadas pueden usarse jabones solubles en  
agua tales como el jabón de sodio, de potasio y otros me-  
tales alcalinos adecuados o de amonio, o jabones de ba-  
ses nitrogenadas, tales como la trietanolamina, derivados  
de grasas y aceites tales como el aceite de semilla de al-  
25                   godón, aceite de glicina, aceite de maíz, aceite de oliva,

406052



1972

aceite de palma, de almendra de palma, manteca de cer  
do, grasas, aceites de pescado, y similares, así como  
sus derivados hidrogenados, y las mezclas de los mis-  
mos, que estén mezclados apropiadamente para producir  
5 la calidad de jabón deseada.

Según la invención, la nueva barra de deter-  
gente incluye un componente de detergente sintético de  
hasta aproximadamente 30% en peso. Más específicamente,  
el componente de detergente sintético de la barra mejo-  
10 rada incluye amidas de éster graso de ácido sulfosuccí-  
nico que tienen las siguientes estructuras alternativas:



donde:

15 M está seleccionado de los metales y grupos positivos  
que producen sales solubles en agua de la amida de sul-  
fosuccinato, incluyendo los metales alcalinos sodio y  
potasio, el hidrógeno, el amonio o las bases orgánicas  
tales como la etanolamina, alcaloides, etc. R<sub>1</sub> es hidró-  
20 geno o una cadena grasa saturada o no saturada de C<sub>12</sub>  
a C<sub>20</sub>;

R<sub>2</sub> es una cadena alifática de C<sub>1</sub> a C<sub>4</sub>; y  
R<sub>3</sub> es hidrógeno o una cadena grasa saturada o no satura-  
da de C<sub>11</sub> a C<sub>19</sub>, y R<sub>1</sub> y R<sub>3</sub> no pueden ser ambos hidrógeno.

25 Aunque se prefiere el derivado de monoéster al



406052

poner en práctica la invención, es decir en el que  $R_1$  es hidrógeno, puede haber presentes cantidades importantes del diéster así como alcohol libre y alcohol-amida libre.

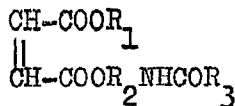
5 También según la invención, se prefiere usar sulfosuccinato de monoalcoholamida de aceite de ballena como ingrediente de detergente sintético de las nuevas barras. Se prefiere sulfosuccinato de monoetanolamida de aceite de ballena que es una mez  
10 cla de componentes de la estructura antes descrita en la que M es sodio,  $R_1$  es H,  $C_{16}H_{33}$  ó  $C_{18}H_{35}$ , más proporciones menores de otras cadenas grasas;  $R_2$  es  $-C_2H_4-$  y  $R_3$  es  $C_{15}H_{29}$ ,  $C_{17}H_{33}$  ó  $C_{19}H_{37}$  más proporciones menores de otras cadenas alifáticas. Los anteriores derivados  
15 de aceite de ballena son principalmente monoésteres, pero son de esperar también cantidades importantes de diéster, alcohol libre y alcohol-etanolamida libre.

Los sulfosuccinatos de monoalcoholamida de aceite de esperma o ballena pueden sintetizarse a  
20 partir del aceite de ballena, que es  $R_3COOR_1$  donde  $R_1$  es una cadena grasa saturada o no saturada de  $C_{12}$  a  $C_{20}$  (principalmente  $C_{16}H_{33}$  y  $C_{18}H_{35}$ ) y  $R_3$  es una cadena grasa saturada o no saturada de  $C_{11}$  a  $C_{19}$  (principalmente  $C_{15}H_{29}$ ,  $C_{17}H_{33}$  y  $C_{19}H_{37}$ ), como sigue: el acei  
25 te de ballena se hace reaccionar con una alcoholamina

406052



de la fórmula general  $\text{HOR}_2\text{-NH}_2$ , donde  $\text{R}_2$  es  $\text{C}_2\text{H}_4$ ,  $\text{C}_3\text{H}_6$  ó  $\text{C}_4\text{H}_8$ , para dar una alcoholamida grasa de la fórmula  $\text{R}_3\text{CONHR}_2\text{OH}$  y un alcohol graso,  $\text{R}_1\text{OH}$ . La mezcla de alcoholamida grasa y alcohol graso se hace reaccionar con anhídrido maleico para dar maleato de monoalcoholamida de aceite de ballena, que tiene la estructura siguiente:



Uno cualquiera de los radicales  $\text{R}_1$  ó  $\text{R}_3$  puede ser hidrógeno. La mezcla de maleato de monoalcoholamida de aceite de ballena se hace reaccionar después con bisulfito alcalino  $\text{SO}_3\text{HM}$ , para dar sulfosuccinato de monoalcoholamida de aceite de ballena.

La carga de grasa usada para producir el componente de jabón de las nuevas barras no es crítica, pero se prefiere usar una carga que comprende aproximadamente 50 a 70% de sebo y 30 a 50% de los aceites del tipo de aceite de coco, incluyendo el aceite de coco, aceite de almendra de palma, aceite Babassu, y similares. Los materiales grasos que pueden usarse en la carga de grasa a la caldera u otro equipo para fabricar el jabón incluyen los siguientes:

|                            |                     |
|----------------------------|---------------------|
| Aceite de coco             | Aceite de ricino    |
| Aceite de semilla de palma | Aceite de cacahuete |



|   |                   |  |
|---|-------------------|--|
|   | Aceite de Babassu | Aceite de linaza   |
|   | Aceite de palma   | Aceite de semilla de algodón   |
|   | Grasas animales   | Aceites de pescado   |
| 5 | Aceite de oliva   | y las versiones hidrogenadas de estos productos, pero se prefieren los aceites de tipo de coco y sebo. |
|   | Aceite de sebo    |  |
|   | Resina            |  |

10 El material cáustico usado para saponificar la carga de grasa es preferiblemente hidróxido de sodio, pero puede sustituirse en parte por hidróxido de potasio, por ej. hasta aproximadamente el 15%, si se desea.

15 Es ventajoso incluir un agente protector y/o secuestrante en el jabón para evitar el enranciamiento de los ácidos grasos libres. Entre los protectores y sequestrantes adecuados se encuentran los siguientes: 2,6-di-terc-butyl-p-cresol, terc-butyl-hidroxianisol, "Sopanox", fosfito de trifenilo, cloruro estánnico, silicato de magnesio, Benzotriazol y las sales alcalinas de ácido etilendiamintetraacético, ácido hidroxietileilendiamintriácético, ácido dietilentriaminpentaacético y dihidroxietilglicina.

20

25 Pueden usarse las operaciones usuales para convertir el jabón bruto de caldera en una forma de jabón

406052



de tocador homogeneizado en barra para fabricar las ba  
rras de la presente invención, operaciones que compren  
den reforzar la fase de jabón puro con la proporción pre  
viamente determinada de detergente sintético y otros  
5 aditivos deseados, después secar el jabón hasta un con  
tenido de humedad en el intervalo de aproximadamente 8  
a 15%, y preferiblemente alrededor de 9 a 10%, mezclar  
el jabón seco en forma de cintas, gránulos o formas si  
milares secas en una máquina amasadora con otros aditi  
10 vos deseados, tales como colores, perfumes, glicerina,  
lanolina, colcrén, etc., homogeneizar la mezcla por mol  
turación, extruir las virutas homogeneizadas para formar  
una barra continua larga, cortar la barra en segmentos  
de tabletas o pastillas, y comprimir o estampar la table  
15 ta o pastilla, que después puede ser envuelta o no, se  
gún se desee.

Los procedimientos de fabricación de jabón ade  
cuados que pueden usarse para preparar jabón para uso en  
el procedimiento de la presente invención incluyen el pro  
20 cedimiento usual de fabricación de jabón bruto en caldera,  
los procedimientos de saponificación continua en los que  
la saponificación se efectúa con álcali acuoso y calor,  
siendo lavada y acondicionada con vapor de agua la mezcla  
resultante para obtener un jabón puro, bien continuamente  
25 o con uso de una caldera para el acondicionamiento, con



vapor de agua y opcionalmente una o más etapas de lavado, y procedimientos de neutralización para ácidos grasos derivados de la hidrólisis de grasas y aceites.

5 El procedimiento de caldera para fabricar jabón es muy conocido para los expertos en la técnica de fabricación de jabón, de modo que se describirá aquí sólo en líneas generales, ya que no forma parte de la presente invención. Un procedimiento en caldera típico incluye las etapas siguientes:

- 10
1. Etapa de neutralización o saponificación
  2. Etapa de precipitación
  3. Etapa de lavado
  4. Etapa de tratamiento con vapor de agua o suavizamiento

15 En la primera etapa, o de saponificación, el material graso elegido para el jabón particular que ha de producirse, por ej. grasas y aceites que son ésteres de glicerilo de ácidos grasos, es calentado con disolución cáustica acuosa para efectuar la conversión sustan-

20 cial del material graso en glicerina y sales de ácido graso del metal o metales alcalinos presentes en la disolución cáustica. Para barras de tocador se prefieren generalmente los jabones de sodio, pero en algunos casos puede usarse potasa cáustica como disolución cáustica.

25 Los jabones de potasio son más blandos que los jabones

406052

9 SE



de sodio del mismo contenido de ácido graso, y, por lo tanto, el contenido de sales de potasio de ácidos grasos está algo limitado en relación con las sales de sodio de ácidos grasos, con el fin de disponer de un jabón que se transforme bien en barras en la maquinaria convencional de fabricación de jabón. En general, la disolución cáustica usada en la etapa de neutralización se obtiene, totalmente o en parte, de la etapa de precipitación de otra carga. El grado de saponificación de la etapa de neutralización no es crítico, y puede variar desde sólo aproximadamente 80% hasta una saponificación casi completa.

En la etapa de transformación, que puede tener lugar en una o más operaciones separadas, se añade sal a la mezcla de reacción en concentración suficiente para efectuar la precipitación del jabón de la disolución. La sal usada puede ser sal o sal de nueva aportación o sal recuperada de la purificación de la glicerina, o una mezcla de ambas. En general, la ebullición se continúa durante un breve tiempo después de la adición de la sal, y si la saponificación es incompleta en la etapa de neutralización puede incluirse material cáustico con la sal para completar la saponificación durante esta ebullición. Después, la masa se hace sedimentar, y durante este tiempo el jabón menos denso

406052



asciende a la parte superior, y la lejía agotada, que contiene el grueso de la glicerina y el electrolito se hunde al fondo. Cuando la sedimentación es incompleta, la lejía es extraída y enviada a la instalación de glicerina para la recuperación de glicerina, sal, etc.

La etapa de lavado tiene por objeto la extracción más completa de la glicerina, que puede llegar a ser hasta el 0,5% del peso de la capa de jabón que queda después de la extracción de la lejía, y la saponificación completa de la carga de grasa. En general, una operación de lavado consiste en acabar el jabón añadiendo agua e hirviendo vigorosamente, usualmente con vapor libre, y añadiendo después sal y/o material cáustico para granular el jabón y permitir la sedimentación de nuevo en una capa acuosa inferior y una capa superior de jabón granulado. Si se usa material cáustico en la operación de lavado, a veces se llama un cambio reforzante, y la lejía sedimentada no está completamente agotada y puede usarse como disolución cáustica en la etapa de neutralización de otra carga de material graso. La operación de lavado extrae también otras cantidades de impurezas que pueden haber estado presentes en la carga original.

La etapa de tratamiento con vapor de agua o de suavizado tiene por objeto la separación de una fase

406052



de jabón puro a partir de una fase de impurezas, y se efectúa acabando de nuevo el jabón por adición de agua, e hirviendo. La adición de agua se hace cuidadosamente de modo que se alcance una etapa final en la que el contenido de electrolito de la mezcla sea suficiente para disolver parte del jabón, pero no todo. Por sedimentación, el jabón disuelto se hunde al fondo y forma las impurezas, mientras que el jabón no disuelto asciende a la parte superior como jabón puro. El jabón puro puede ser bombeado después desde la caldera para su posterior tratamiento.

Una composición típica del jabón puro extraído es aproximadamente 63% de ácidos grasos totales, con un máximo de aproximadamente 0,14% de material cáustico calculado como  $\text{Na}_2\text{O}$  y un máximo de aproximadamente 0,6% de cloruro de sodio, con agua a un nivel de aproximadamente 30-32%. El contenido de agua se reduce típicamente a aproximadamente 10% durante el tratamiento posterior.

Puede obtenerse jabón de composición similar por medio de otros procedimientos de fabricación de jabón, tal como el procedimiento continuo y de neutralización citado anteriormente. Estos procedimientos son también muy conocidos para los que trabajan en esta técnica con una experiencia ordinaria, y no necesitan ser descritos más ampliamente.

406052

9



También según esta invención, las nuevas barras de combinación comprenden una parte principal en peso de jabón y una pequeña parte de detergente sintético. Se prefiere una combinación de hasta aproximadamente 30% en peso de detergente sintético y no menos de aproximadamente 60% en peso de jabón. Naturalmente, también pueden incluirse en las nuevas barras combinadas proporciones muy pequeñas de materiales tales como pigmentos, perfumes, agentes secuestrantes, etc., que son empleados comúnmente en las barras de jabón de baño. Las barras combinadas formuladas con estos materiales y dentro de estos límites proporcionan características excelentes de dispersión del jabón de cal, sin perjudicar el poder espumante ni el tacto de la barra final.

Pueden prepararse barras combinadas adecuadas según la invención como sigue (todos los tantos por ciento son en peso):

Se mezcla sulfosuccinato de monoetanolamida de aceite de ballena que contiene aproximadamente 40% de ingrediente activo con una base de jabón que contiene aproximadamente 63% de ácidos grasos totales y 32% de humedad, en las proporciones que siguen. La base de jabón incluye también pequeñas proporciones de agentes protectores y secuestrantes según principios muy cono-

406052

9 SE



cidos en la técnica.

| <u>Ejemplo número</u>   | <u>1</u> | <u>2</u> | <u>3</u> | <u>4</u> | <u>5</u> |
|-------------------------|----------|----------|----------|----------|----------|
| Base de jabón           | 95,0     | 90,0     | 85,0     | 80,0     | 75,0     |
| Sulfosuccinato de mono  |          |          |          |          |          |
| 5 etanolamida de aceite |          |          |          |          |          |
| de ballena (40%)        | 12,5     | 25,0     | 37,5     | 50,0     | 62,5     |

Las mezclas de base de jabón-detergente sintético son secadas después hasta un contenido de aproximadamente 10% de humedad. Las mezclas secas tienen las siguientes composiciones aproximadas:

| <u>Ejemplo número:</u>   | <u>1</u> | <u>2</u> | <u>3</u> | <u>4</u> | <u>5</u> |
|--------------------------|----------|----------|----------|----------|----------|
| Jabón                    | 83,7     | 77,7     | 71,9     | 66,3     | 61,0     |
| Sulfosuccinato de mono   |          |          |          |          |          |
| 15 etanolamida de aceite |          |          |          |          |          |
| de cachalote             | 6,3      | 12,3     | 18,1     | 23,7     | 29,0     |
| Agua                     | 10,0     | 10,0     | 10,0     | 10,0     | 10,0     |

Las mezclas secas de base de jabón-detergente sintético son tratadas después por técnicas convencionales de fabricación de jabón dándolas forma de barra. Puede añadirse también una pequeña cantidad de dióxido de titanio, aproximadamente 0,2% y perfumes y colorantes durante la transformación en barras de la masa de base de jabón-detergente sintético.

Las barras combinadas de base de jabón-detergente sintético de los Ejemplos 1-5 anteriores mues



406052

tran características de espumación, propiedades de eli-  
minación de suciedad, suavidad y pegajosidad que no di-  
fieren significativamente de las barras de jabón simi-  
lares sin el aditivo de monoetanolamida de aceite de ba-  
5 llena. No obstante, las nuevas barras combinadas mues-  
tran una reducción muy marcada en la cantidad de grumos  
de jabón de cal formados cuando la barra se usa en agua  
dura con calcio y magnesio. La variación de la propor-  
ción de detergente sintético en la nueva barra de cero  
10 a aproximadamente 30% da como resultado unas propieda-  
des dispersantes del jabón de cal progresivamente mayo-  
res, sin ningún efecto importante en la espumación, eli-  
minación de suciedad, suavidad y otras características  
deseables de la parte de jabón de la barra.

15 Ensayos en panel sobre el rendimiento en el  
lavado de las manos de las barras combinadas según las  
formulaciones anteriores, siendo la cantidad de deter-  
gente cero, 6,3 12,3, 18,1, 23,7 y 29,0 por ciento, no  
mostraron ninguna diferencia importante entre las barras  
20 en cuanto a velocidad y formación de espuma, cantidad  
de espuma, estabilidad de la espuma y cremosidad de la  
espuma. Todas las barras anteriores eran consistentes,  
no pegajosas y agradables de usar.

25 Aunque la presente invención ha sido descrita  
e ilustrada con referencia a ciertas realizaciones espe-

406052



cíficas, ha de entenderse que pueden hacerse variaciones y modificaciones sin apartarse del espíritu y objeto de la invención, tal como se define en las reivindicaciones siguientes.

5                   La presente solicitud, que corresponde a la presentada en la Gran Bretaña, el 24 de Agosto de 1971, bajo el N<sup>o</sup> 39660/71, se acoge a los beneficios del Artículo 51 del vigente estatuto sobre propiedad Industrial.

10

REIVINDICACIONES

15                   Los puntos de invención propia y nueva, que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

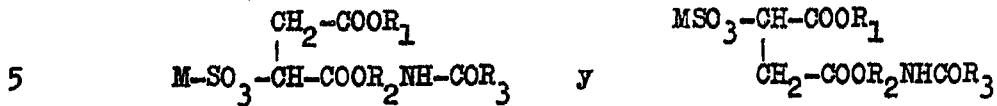
20                   1.- Método para producir barras detergentes mejoradas que comprenden la etapa de dispersar uniformemente una pequeña cantidad de un detergente sintético elegido del grupo que consta de amidas de éster graso del ácido sulfosuccínico en una cantidad mayor de un jabón de ácido graso superior soluble en agua y anhidro,  
25                   y configurar el producto resultante en forma de barras.

*pey*

406052



2.- Método según la reivindicación 1, en el que dichas amidas de éster graso de ácido sulfosuccínico son elegidas del grupo que consta de



10 donde M está elegido del grupo que consta de sodio, potasio, hidrógeno, amonio y bases orgánicas, R<sub>1</sub> está elegido del grupo que consta de hidrógeno y cadenas grasas saturadas y no saturadas de C<sub>12</sub> a C<sub>20</sub>, R<sub>2</sub> está elegido del grupo que consta de cadenas alifáticas de C<sub>1</sub> a C<sub>4</sub>, y R<sub>3</sub> está elegido del grupo que consta de cadenas grasas saturadas y no saturadas de C<sub>15</sub> a C<sub>19</sub>.

15 3.- Método según la reivindicación 1, en el que dicha amida de éster graso de ácido sulfosuccínico es un sulfosuccinato de monoalcoholamida de aceite de ballena.

20 4.- Método según la reivindicación 3, en el que dicho sulfosuccinato de monoalcoholamida de aceite de ballena es sulfosuccinato de monoetanolamida de aceite de ballena.

25 5.- Método según la reivindicación 1, en el que dicha pequeña cantidad de detergente sintético es de hasta aproximadamente 30% en peso de dicha barra, y dicha cantidad principal de jabón es al menos de 60% del peso de dicha barra.

pey

406052



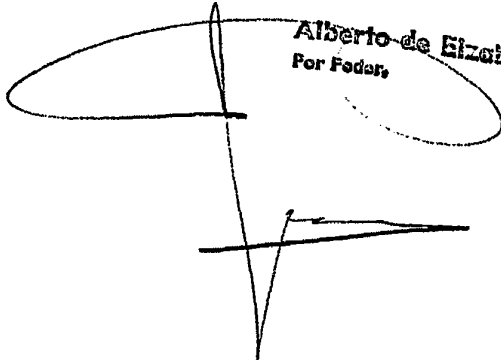
6.- Método para producir barras detergentes mejoradas.

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

5 Esta Memoria consta de diecisiete hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 15 FEB. 1973

P.A.

  
Alberto de Eizaburu  
Por Fedar,

10-2-73

- 18 -

MFM

*Rey*