

408873

-6 D



P.-- 52.500

U.S. Application
203.366

Int. Cl.:	C11D//D06F
-----------	------------

MEMORIA DESCRIPTIVA

A1 408.873 751016 C11D 11/00

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 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 "UN METODO DE FABRICACION DE UNA COMPOSICION DETERGENTE
CONSTITUIDA POR PARTICULAS QUE FLUYEN LIBREMENTE"

(Clase Internacional C11d)

24.11.72.

- 1 -

408873

-6



Esta invención se refiere a la fabricación de composiciones detergentes que no forman espuma. Más particularmente, se refiere a pulverizar un material antiespumante normalmente sólido sobre las superficies de partículas detergentes con ayuda de un disolvente o diluyente apropiado del compuesto antiespumante. Están comprendidos también en la invención los nuevos productos fabricados. Las composiciones producidas son agentes efectivos de lavado de ropas, destinados principalmente para uso en máquinas de lavado automáticas.

5 Pueden ser esencialmente no formadoras de espuma, incluso cuando se emplean en aquellas máquinas que tienen un tambor de lavado horizontal o ligeramente inclinado. Debido a que el recubrimiento aplicado sobre las cuentas que constituyen la base del detergente es normalmente sólido, las cuentas no

10 son pegajosas y fluyen libremente.

Se ha reconocido la importancia de disponer de productos detergentes esencialmente no formadores de espuma para uso en las máquinas de lavado automáticas, especialmente en aquellas de tipo de tambor horizontal. Se han utilizado una diversidad de aditivos para convertir las composiciones detergentes que normalmente son susceptibles de formar espuma en productos que formen poca espuma, con el fin de evitar lo que se ha denominado atasco por jabonaduras en la máquina de lavado y permitir un mejor contacto de la ropa a lavar con el agua de lavado, y como consecuencia un lavado me

15

20

25

408873



5 jor. En una solicitud de patente de EE.UU. titulada Deter-
gente que no Forma Espuma y presentada por Jack T. Inamora
to en la misma fecha de la presente solicitud, se ha des-
crita la utilidad de aminas alifáticas superiores, tales
10 como dicocoil-amina y otras dialcohol-aminas superiores
como anti-espumantes en composiciones detergentes. No obs-
tante, a cause de problemas asociados con el empleo de ta-
les compuestos y otros agentes antiespumantes normalmente
sólidos, muchos de los cuales se vaporizan o se descompo-
15 nen a las temperaturas normales de secado por pulverización,
antes de la presente invención no se conocían métodos comer-
ciales satisfactorios para incorporar los compuestos anties-
pumantes normalmente sólidos en composiciones detergentes,
tales como las basadas en sales inorgánicas secadas por pul-
15 verización, con o sin otras materias activas y coadyuvantes.
Ahora, como resultado de la presente invención, tales pro-
ductos se puedan producir eficientemente y con equipo con-
vencional de secado por pulverización, más aparatos de pul-
verización posterior, tales como los descritos en las soli-
20 citudes de patente de los EE.UU. Núms. S. 124111 y 134324,
tituladas Detergente Constituido por Partículas que Fluyen
Libremente que Contiene Compuestos Tensioactivo No Iónico,
y Fabricación de una Composición Detergente Constituida por
Partículas que Fluyen Libremente que Contiene Detergente
25 No Iónico, presentadas por los autores de la presente inven-

408873



ción y Edward J. Kenney en fecha 15 de marzo de 1971 y 15 de abril de 1971, respectivamente.

De acuerdo con la presente invención, un método de fabricación de una composición detergente constituida por partículas que no forma espuma, que fluye libremente y que contiene un material antiespumante que es normalmente sólido y que se descompone o se vaporiza en condiciones normales de secado por pulverización en las que se emplea aire de secado a una temperatura de 150 a 400°C, comprende secar por pulverización componentes de una composición detergente para producir un sólido constituido por partículas en forma de cuentas o bolitas, pulverizar sobre la superficie de las bolitas secadas por pulverización producidas, mientras que se están volteando en tambor o mezclando, una mezcla o solución líquida de tal material antiespumante y un disolvente o diluyente que funde a temperatura inferior que mantiene el ingrediente antiespumante en un estado líquido hasta que se pone en contacto con las bolitas del detergente, y solidificar el material antiespumante sobre tales bolitas. Preferiblemente, la composición detergente está constituida en gran parte por una sal mejoradora de detergencia secada por pulverización y tiene una mezcla o solución de un agente antiespumante de dialcobilamina superior y un diluyente de detergente orgánico sintético no iónico pulverizada sobre aquélla para formar



una composición de detergente orgánico sintético. Aunque el objeto principal del método que forma parte de la presente invención es fabricar una composición antiespumante en forma líquida mezclando con un compuesto antiespumante normalmente sólido un disolvente o diluyente del mismo, el cual disolvente o diluyente es preferiblemente un detergente orgánico sintético no iónico, es también un aspecto de la presente invención el hecho de que, cuando detergentes no iónicos u otros aditivos han de añadirse posteriormente para producir una composición detergente, dichos detergentes o aditivos se pueden convertir de la forma líquida o aproximadamente líquida en una forma más consistente o sólida por mezclado de los mismos con un compuesto endurecedor, tal como una dialcohol-amina superior, que desempeña deseablemente una función útil adicional en la composición detergente. Está comprendido también en la invención un detergente constituido por partículas en el cual las partículas base de la sal mejoradora de detergencia, que pueden contener o no otros ingredientes activos y coadyuvantes en sí mismas, llevan sobre sus superficies un recubrimiento de una mezcla de un compuesto antiespumante normalmente sólido y un disolvente o diluyente normalmente sólido del mismo, tal como el alcohol superior-polietoxi-etanol.

Las diversas composiciones, y los diversos métodos, operaciones, construcciones, condiciones, detalles, aplicacio

408873

-6



nes y ventajas de la invención se verán claramente a partir de las descripción que sigue, considerada en conjunción con el dibujo ilustrativo de una realización preferida del aparato utilizado para llevar a la práctica el método de la invención, en cuyo dibujo:

la figura 1 es un diagrama del proceso esquemático que muestra la fabricación de un detergente secado por pulverización y sobre-pulverizado;

la figura 2 es un alzado lateral ampliado, parcialmente en corte, del aparato de volteado en tambor empleado en la práctica de la invención; y

la figura 3 es un alzado visto desde un extremo, en corte, del aparato de la figura 2.

En la figura 1, la base del detergente acuosa o mezcla del mezclador-agitador mejoradora de detergencia 11 se agita en el mezclador-agitador 13 por un medio de agitación 15 que la mantiene en una condición sustancialmente homogénea. Medios de calentamiento, no representados, se emplean usualmente para elevar y regular la temperatura de la mezcla del mezclador-agitador con el fin de aumentar las solubilidades o susceptibilidades de dispersión de los componentes detergentes y de disminuir la viscosidad de la mezcla, a fin de facilitar la pulverización. Una bomba de alta presión 17, capaz de producir presiones de 14 a 140 kg/cm², bombea la mezcla del mezclador-agitador a través de la tubería



19 y de las boquillas de pulverización 21 cuando está abierta la válvula 23. En la torre de pulverización 25, las gotitas 27 de la mezcla del mezclador-agitador pulverizadas pasan en dirección descendente a través de una corriente que se desplaza en dirección ascendente de aire calentado generado por el quemador 29, aire que pasa a la torre de pulverización 25 a través del conducto 31 y el anillo de entrada 33. Como se ilustra en la figura, el aire calentado o los productos de combustión calientes se obtienen como resultado de la combustión de aceite que pasa por la boquilla 35 con aire suministrado por la soplante 37. En la torre de pulverización se efectúa un cierto vacío por medio de la soplante 39, y el aire de secado agotado se extrae de la torre por el conducto 41 y el separador de ciclón 43, el cual separa las partículas finas del aire en 45, dejando que el aire purificado salga a la atmósfera por la salida 47, luego de haber pasado por la soplante 39. Medios adicionales de purificación del aire, tales como separadores de polvo fino del tipo de bolsa, se pueden utilizar también en conjunción con el separador de ciclón, pero no se representan en la figura.

Las partículas de composición mejoradora de detergencia o de detergente secadas 49, usualmente en forma hueca globular o de cuentas, se extraen de la torre de secado por pulverización por gravedad y mediante un elevador

408873



de aire 51, el cual es accionado por el vacío generado por la soplante 53, y las partículas pasan más allá del tabique de desviación 55 a la tolva 57 del acumulador 58, desde el cual están dispuestas para ser alimentadas a un aparato de
5 volteo en tambor giratorio para su pulverización posterior a fin de obtener el producto de esta invención.

Las diversas partes del aparato de sobre-pulverización que se describen a continuación se ilustran mejor en las figuras ampliadas 2 y 3 que en la figura 1. El alimenta
10 dor por cinta 59 transporta las bolitas base secadas por pulverización 49 desde el acumulador 58 situado bajo la tolva 57 a la tolva 61 y de ésta, por el conducto 63, al tambor de volteo giratorio continuo 65. En lugar de utilizar el tambor giratorio continuo que se ilustra, pueden emplearse otros tam
15 bores giratorios que se mueven continuamente, tales como mezcladores de doble pared. Tales otros tambores giratorios o el presente tambor, si se modifican adecuadamente, se pueden utilizar en operaciones por cargas. En la operación continua pre
20 ferida, otros coadyuvantes cuya adición puede ser deseable antes o en las primeras etapas del volteo en tambor giratorio se pueden alimentar desde el acumulador 67 por la cinta de alimentación 69, pasando por el conducto 71 al tambor 65. Los materiales que pueden añadirse deseablemente en este momento in
25 cluyen agentes anti-redeposición, tales como carboximetilcelulosa sódica, silicato sódico adicional y algunas veces tripoli-



fosfato sódico adicional. En los detergentes que contienen enzimas, las enzimas se pueden añadir en dichos puntos, o más allá del tambor giratorio.

5 En lugar de utilizar torres en contracorriente, se pueden emplear también aquéllas de diseño en paralelo, y el aire para la torre se puede calentar con combinaciones de gas y gasoil, así como con aceite solamente.

10 Los perfumes, y/o cualesquiera otros aditivos líquidos que sean insuficientemente estables para poder ser sometidos al secado por pulverización, o que por cualesquiera otras razones se añaden deseablemente después del secado por pulverización, se pueden aplicar sobre las bolitas base a través de la tubería 73 y saliendo por la boquilla de pulverización 75 o a través de otras tuberías y boquillas análogas. Usualmente algo más aguas abajo que 15 la boquilla de "adición de perfume", el agente antiespumante más el material de sobre-pulverización detergente no iónico se hacen pasar análogamente por la tubería 77 y las boquillas 79, por la acción de la bomba 76, después de ser 20 mezclados y calentados en el mezclador 74. Como se ilustra, se muestran tres de tales boquillas de pulverización, cada una de las cuales está separada de la boquilla inmediatamente adyacente a una distancia de 30 a 60 centímetros. Las separaciones pueden variar, dependiendo de los tamaños del 25 tambor, y pueden ser de 15 cm a 90 cm. El número de boqui-

408873

-6 DIC. 1972



llas es usualmente de una a ocho. En algunos casos se pueden mezclar previamente componentes normalmente líquidos, fundidos o disueltos de la formulación con el detergente no iónico y el compuesto antiespumante, y se pueden pulverizar sobre las partículas o cuentas que se voltean en el tambor con ellos, en lugar de a través de boquillas separadas. Después de un tiempo de permanencia suficiente en el tambor de volteo giratorio, preferiblemente en operación continua, las partículas detergentes tratadas 81 pueden tener otros aditivos en polvo mezclados con ellas, usualmente para mejorar el flujo y reducir la pegajosidad. Así, una arcilla finamente dividida, talco u otro "lubricante" o agente inductor de flujo que sea adecuado, tal como silicato de aluminio calcinado (Satintone), puede añadirse al tambor giratorio cerca del extremo de aguas abajo del mismo alimentándolo desde el acumulador 83 a través del alimentador de tornillo 85, la tolva 87 y la tubería 89. Las diversas alimentaciones por tornillo, alimentaciones por cinta y los caudales de bombeo de los líquidos a mezclar y pulverizar se pueden regular individualmente o bien pueden controlarse por un mecanismo de dosificación, no representado, que mantiene los equilibrios deseados de los diversos materiales a cargar. Así, se puede automatizar totalmente la operación.

Después de la producción de las partículas detergentes 81 que han sido sobre-pulverizadas, y del espolvoreo

408873



sobre las mismas del polvo inductor del flujo u otros ma-
teriales adecuados finamente divididos, el producto se ex-
trae por la salida 91 y forma un lecho 93 sobre el alimen-
tador vibratorio 95. Este lecho de material es transporta-
do por el alimentador a la tolva 97, de la que pasa al ta-
miz 99 y luego al acumulador de llenado 101, desde el cual
se descarga a los envases 103 que pasan a lo largo de la
cinta 104 bajo la cabeza de llenado 105. Los envases son
luego cerrados herméticamente, precintados, empaquetados
en cajas y expedidos, todo ello de manera automática. Cua-
lesquiera partículas de tamaño excesivo que no puedan pa-
sar a través del tamiz 99 se descargan por la salida 100.
Estas y otras partículas de tamaño excesivo y de tamaño
demasiado pequeño se pueden volver a tratar o transformar
se de cualquier otro modo con el fin de hacerlas apropia-
das para el mezclado con el resto de las partículas deter-
gentes sobre-pulverizadas producidas.

Aunque no se tiene la intención de efectuar una
evaporación sustancial de la humedad o de otras materias
volátiles en el tambor giratorio 65, se mantiene una lige-
ra corriente de aire a través del tambor por aplicación de
vacío al extremo de aguas abajo del mismo, como se ilustra
mediante la campana de vacío 107. La campana tiene una for-
ma tal que ejerce un ligero efecto sobre el lecho 93 de par-
tículas sobre-pulverizadas y a través del lecho para produ-

408873

-6



5
10

cir el paso de una corriente de aire desde el extremo de aguas arriba al extremo de aguas abajo del tambor giratorio, Así, cualesquiera gotitas muy finamente divididas semejantes a una niebla del líquido a sobre-pulverizar sobre las partículas detergentes serán aspiradas por el vacío a través del lecho 93 y depositadas sobre las partículas, si esto no se ha efectuado totalmente en el tambor giratorio. El líquido coloidal que no se deposite de este modo, y las partículas sólidas muy finamente divididas, se retiran por la tubería 109.

15
20
25

La figura 3 muestra la posición relativa de las diversas tuberías para la adición de las partículas de base del detergente o partículas mejoradoras de detergencia carboximetilcelulosa sódica u otros agentes anti-redeposición de resinas o gomas u otros aditivos constituidos por partículas, detergente no iónico y anti-espumante mezclados de sobre-pulverización, y perfume u otros editivos líquidos. Se observará que las boquillas 75 y 79 están dirigidas de tal modo que pulvericen los líquidos sobre las partículas en movimiento 49, acción que evita la producción de grandes cantidades de residuos debidas a sobreconcentraciones de los líquidos en las paredes del aparato o sobre cualesquiera materiales relativamente inmóviles próximos a los puntos de pulverización. La flecha 111 indica la dirección de rotación del tambor giratorio.

408873



El aparato y las operaciones de la descripción anterior se pueden utilizar en la fabricación de composiciones detergentes tales como las que se describen en las mencionadas solicitudes de patente Núms. S. 124111 y 134324, cuando se incluye un agente antiespumante en tales composiciones, pulverizando sobre las partículas base del detergente un líquido de pulverización constituido por detergente orgánico sintético no iónico y agente antiespumante. No obstante, es preferible en general que la composición detergente producida no forme esencialmente espuma y, por esta razón, los detergentes que formen cantidad importante de espuma, tales como los detergentes aniónicos mencionados en las solicitudes de patente, estarán presentes preferiblemente en tales productos no formadores de espuma solamente en pequeñas proporciones o en cantidades en las que sus tendencias a la formación de espuma son contrarrestadas por la amina presente. Será sumamente preferible utilizar como ingredientes principales compuestos orgánicos sintéticos no iónicos, especialmente aquéllos en los que entren en reacción grupos hidrófilos tales como poli(alcoxi inferior-alcanol) y estén combinados químicamente con restos lipófilos, tales como grupos alcohol o alqueno superiores; alcohol-fenil-poli(etoxi-etanoles) copolímeros al azar o en bloque de poli(alcoxi inferior-alquenoles), o detergentes no iónicos equivalentes. Composiciones preferidas de

408873

-6



este tipo se describen en la solicitud de patente de Jack T. Inamorato, a que se ha hecho mención anteriormente.

Con respecto a las composiciones de la solicitud de patente de Inamorato y a otras composiciones en las que el agente antiespumante de amina alifática superior está reemplazado por agentes antiespumantes efectivos de características físicas semejantes, la presente invención hace posible la post-pulverización de tales compuestos sobre las cuentas base del detergente o bolitas de mejorador de detergencia y produce un detergente uniforme, que no está sometido a la separación por tamizado del agente antiespumante del resto de la composición. Si el compuesto antiespumante de punto de fusión relativamente alto no se diluyese con el detergente no iónico u otro diluyente a fin de que su punto de solidificación se rebajase suficientemente, en condiciones normales de pulverización sobre las partículas base a temperaturas razonables comprendidas dentro del margen de 40 a 90°C, el compuesto antiespumante se solidificaría antes de ponerse en contacto con las partículas base. Tal solidificación prematura podría impedir que aquél recubriera las partículas individuales y daría lugar a problemas de solubilidad, segregación durante el transporte, etc. Análogamente, si el detergente no iónico u otro diluyente se pulverizase aisladamente sobre las partículas base a fin de incorporarse en la formulación y conferir a ésta sus efectos,



en algunos casos podría ser demasiado fluido y podría no ser suficientemente absorbido por y endurecido en las partículas a fin de impedir que la composición final resultase pegajosa y tuviera características de fluidez deficientes. Así, se ve que la presente invención utiliza una mezcla de dos aditivos, ninguno de los cuales podría secarse por pulverización en la proporción deseada en el detergente debido a descomposición o a vaporización en la torre de pulverización, y cada uno de los aditivos mejora las propiedades del otro, de manera que cuando se aplican a partículas mejoradas de detergencia se obtiene la acción de recubrimiento óptima, impidiéndose la segregación, y resultando una superficie suficientemente dura tal que se produce un polvo que fluye libremente. Adicionalmente, el hecho de que el ingrediente antiespumante y el ingrediente no iónico se encuentran en la superficie de las partículas de la composición garantiza que el efecto del compuesto antiespumante es inmediato y que no se produce una formación de espuma excesiva inicial por parte del detergente antes que se disuelva el compuesto antiespumante y pueda actuar en el agua de lavado. El efecto humectante del ingrediente no iónico se obtiene inicialmente al disolverse la composición detergente, y esto facilita la disolución de las sales mejoradoras de detergencia y de cualesquiera otros coadyuvantes contenidos en aquélla.

408873

-60



Las sales mejoradoras de detergencia empleadas pueden incluir aquéllas que son bien conocidas para este fin en composiciones detergentes orgánicas sintéticas para servicio severo o modificadas. Comercialmente, los más im-
5 portantes de estos mejoradores de detergencia han sido las sales inorgánicas, tales como las sales de metales alcalinos, las cuales son fosfatos, silicatos, o carbonatos, con inclusión de los bicarbonatos. De entre los mejoradores de detergencia orgánicos, los más útiles han sido los nitrilo
10 triacetatos de metal alcalino, si bien se han utilizado también las sales del ácido etilendiamintetracético. Los más satisfactorios de los mejoradores de detergencia, con anterioridad a las demandas respecto a su eliminación de las composiciones detergentes fundadas en las afirmaciones de
15 que aquéllos contribuían a la eutroficación de los lagos, fueron los fosfatos, y entre éstos, los mejores para la inclusión en detergentes sólidos han sido el tripolifosfato pentasódico y el pirofosfato tetrasódico, aunque se pueden utilizar también las sales potásicas y otras sales equivalentes. Se han utilizado también el fosfato trisódico, los
20 fosfatos sódicos monobásico y dibásico y las correspondientes sales potásicas. Los carbonatos pueden utilizarse en las formas de sus hidratos usuales o en forma de cenizas de sosa, y cuando son deseables valores más bajos de pH se pueden
25 sustituir por bicarbonato de sodio. Algunos de los mate

408873



riales arriba mencionados son útiles en las presentes composiciones para dar productos que no generan espuma alguna bajo el alto grado de agitación en condiciones de lavado, pero debido en gran parte a consideraciones ecológicas y factores de seguridad se omitirán algunas veces de las composiciones detergentes destinadas a la venta en los Estados Unidos. Esto es debido a limitaciones en el contenido de fosfatos y ciertas recomendaciones que se han hecho contra los detergentes exentos de fosfato que contienen carbonatos, debido a sus altas alcalinidades. Análogamente, las sales del ácido etilendiamintetraacético y las sales del ácido nitrilo triacético se evitarán a menudo en tales composiciones actualmente debido a indicaciones de laboratorio en el sentido de que podrían ser nocivas para los seres humanos en ciertas circunstancias. No obstante, los silicatos son aceptables como coadyuvantes y en las presentes formulaciones no favorecen la formación de espuma. Tales compuestos se emplean como sus sales de metal alcalino, por ejemplo, silicato de sodio, silicato de potasio, y tienen una proporción Na_2O : ó $\text{K}_2\text{O}:\text{SiO}_2$ comprendida entre aproximadamente 1:1,6 y 1:3. Las proporciones mayores de 1:1,6 son usualmente demasiado alcalinas, y las proporciones menores de 1:3 tienen con frecuencia efectos mejoradores de detergencia isuficientes. Un intervalo preferido es de 1:2 a 1:2,7, obteniéndose el efecto mejorador de detergencia óptimo a una proporción de 1:2,35.

26.11.72.

408873

-6210



En los compuestos que no forman espuma de esta in
vención que son más preferidos, las únicas sales mejoradoras
de detergencia empleadas serán silicatos de los tipos descri-
tos, los cuales son seguros y ecológicamente aceptables y no
5 favorecen la formación de espuma tanto como los mejoradores
de detergencia de fosfato. No obstante, aquéllos pueden uti-
lizarse con las sales mejoradoras de detergencia inorgánicas
u orgánicas mencionadas y con sales adicionales, tales como
boratos, gluconatos, citratos y cargas, tales como sulfato
10 de sodio y cloruro de sodio y compuestos equivalentes. Aún
cuando se prefieren las sales de metal alcalino de los diver-
sos mejoradores de detergencia y cargas, en especial las sa-
les de sodio, en algunos casos son útiles otras sales solu-
bles, por ejemplo , sales de amonio, de alcanclaminas infe-
15 riores y de alcoholaminas inferiores, de los tipos mono-,
di-, y tri-sustituidos.

El detergente no iónico sintético utilizado, que
puede tener una pequeña proporción del mismo secada por pul-
verización con las sales mejoradoras de detergencia y se apli-
20 ca preferiblemente al mejorador de detergencia en un tambor
giratorio, en mezcla con un compuesto antiespumante, será nor-
malmente un detergente orgánico sintético no iónico conocido
por su utilidad en la separación de polvo, grasa, manchas y
otra suociedad de telas tales como algodón, poliésteres, mez-
25 clas algodón-poliéster, distintos tipos de nylon, acrílicos,

408873

-6 37



distintos tipos de rayón, lanas y otros materiales fibrosos. Tales detergentes contienen usualmente restos lipófilos e hidrófilos, generalmente lo bastante equilibrados para que los materiales sean solubles en agua y sin embargo posean efectos disolventes, solubilizantes o emulsificantes sobre la suciedad de tipo lipófilo. Para una actividad detergente satisfactoria, más bien que para efectos humectantes o emulsificantes exclusivamente, la porción lipófila de la molécula detergente contendrá generalmente al menos 10 ó 12 átomos de carbono y estará exenta o sustancialmente exenta de radicales solubilizantes tales como grupos hidroxilo y grupos O-Me, en los que Me representa un metal, tal como metal alcalino, amonio, amina o alcanolamina. En realizaciones preferidas de la invención, el detergente no iónico contendrá de 10 a 24 átomos de carbono en el resto lipófilo o la porción hidrófoba de la molécula, de los cuales entre 10 y 18 formarán parte usualmente de un grupo alcohol, preferiblemente un alcohol lineal. Tal alcohol puede estar unido a un grupo arilo, tal como un grupo fenilo, toluilo o xililo, pero preferiblemente constituye la única porción lipófila de la molécula detergente. En las realizaciones más preferidas, el detergente no iónico incluirá un resto lipófilo de alcohol lineal que no estará sustituido y que contendrá un promedio de 12 a 15 átomos de carbono, teniendo a veces preferiblemente un promedio de 14 a 15 átomos de carbono. Generalmente, los alco

408873



hilos preferidos tendrán sus contenidos de átomo de carbono en los intervalos estrechos previamente mencionados para el promedio, un tanto extendidos más allá de dichos límites. Así, en la porción de alcoholilo o alcoxi superior de las mo
5 léculas pueden existir de 10 a 18 átomos de carbono, prefe-
riblemente de 12 a 16 átomos de carbono. En el resto de poli-
-alcoxi inferior, el grado de su naturaleza hidrófila puede regularse por inclusión de algunos grupos polipropoxi, pero éstos estarán generalmente limitados en número a menos de
10 un tercio del número de grupos etoxi, debido a que los gru-
pos propoxi, cuando se encuentran formando una cadena, son usualmente lipófilos. Preferiblemente, la cadena será ente-
ramente de polietoxi, y en tal cadena de polialcoxi inferior
15 estarán presentes de 4 a 40 átomos de carbono, preferiblemen-
te de 6 a 30 átomos de carbono, y más preferiblemente de 14
a 22 átomos de carbono. Tales compuestos son asequibles co-
mercialmente con los nombres comerciales de Neodol 45-11,
Plurafac B-26, Alfonic 1618-65 y Neodol 25-7.

Aunque no son tan preferibles como los otros ingre
20 dientes no iónicos ya mencionados para la fabricación de pro-
ductos detergentes que no formen espuma, diversos otros deter-
gentes no iónicos utilizados son los que se describen en los
textos Surface Active Agents and Detergents (Agentes Tensoac-
tivos y Detergentes), Vol. II, por Schwartz, Perry y Berch,
25 publicado en 1958 por Interscience Publishers, Inc., y Deter-

408873

-601



gents and Emulsifiers, 1969 Annual (Detergentes y Emulsificantes , Anuario de 1969), por John W. McCutcheon. Entre tales compuestos no iónicos se encuentran los alcohol-fenoxi superior-poli(alcoxi inferior-alcanoles inferiores), por ejemplo, nonil-fenoxi-poli(etoxi-etanol) (Igepal CO-880) y compuestos hidrófilos-lipófilos equilibrados obtenidos por condensación, al azar o en bloque, de polióxidos de alcohol inferior hidrófilos u óxidos de alcohol inferior hidrófilos (óxido de etileno) con poli(óxidos de alcohol inferior) lipófilos u óxidos de alcohol inferior lipófilos (óxidos de propileno), por, ejemplo, Pluronic F-68 y L-44, y diversos Ucons. Los óxidos de alcohol inferior son de 2 ó 3 átomos de carbono y los detergentes no iónicos que son útiles pueden contener de 4 a 100 moles de óxido de alcohol inferior por mol de compuesto. Aunque algunos de tales detergentes no iónicos tienen cierta tendencia a formar espuma en condiciones de lavado en tambor giratorio, en presencia del o de los mejoradores de detergencia, amina y en ocasiones también con jabón en la fórmula, es posible hacer que esencialmente no formen espuma.

Con la excepción de los jabones de ácidos grasos superiores, los cuales contribuyen también a disminuir la formación de espuma por los detergentes no iónicos, se prefiere frecuentemente evitar la presencia de otros materiales detergentes aniónicos en las presentes composiciones.

408873



Por supuesto, si se desea la acción detergente de un material aniónico y el efecto formador de espuma producido por el mismo no es excesivamente perjudicial, se pueden utilizar proporciones adecuadas de tales materiales. En cualquier caso, la proporción de detergente aniónico no jabonoso será más de cinco veces menor que la del ingrediente no iónico mencionado, y preferiblemente será menor de 100% ó 50%, si es que existe. Ejemplos de los compuestos aniónicos que pueden utilizarse son los productos de reacción con ácido sulfúrico, por ejemplo, dodecilmecenosulfonato sódico, alcohol de sebo-sulfato sódico, alcano superior-sulfonato sódico. En algunas circunstancias, se pueden emplear también los detergentes catiónicos o anfóteros, o mezclas de los mismos. En las presentes composiciones, estos materiales no tienden a formar tanta espuma como los materiales aniónicos, pero dichos materiales deberán también normalmente evitarse o minimizarse a la proporción mencionada para los detergentes aniónicos. Como ilustrativos entre los ingredientes catiónicos se pueden citar el cloruro de dimetil-diestearil-amonio y el bromuro de cetil-trimetil-amonio. Entre los ingredientes anfóteros, se pueden utilizar los Miranoles.

De los aditivos antiespumantes empleados, se encuentran entre los compuestos preferidos las aminas alifáticas superiores. Estas son usualmente alcohol-aminas su-

408873

-62



periores o mono-alquenil-aminas superiores en las cuales el grupo alcoholico o alquenilo tiene de 10 a 18 átomos de carbono, preferiblemente de 10 a 16 átomos de carbono y más preferiblemente de aproximadamente 10 a 14 átomos de
5 carbono, con un promedio de aproximadamente 12 átomos de carbono. Aunque son útiles las monoalcohol-aminas y las trialcohol-aminas, los mejores compuestos para el propósito presente son las dialcohol-aminas superiores, y de entre éstas la más preferida es la dicocoil-amina, en la
10 que el grupo alcoholico es el derivado de la mezcla de ácidos o productos de reducción alcohólicos del aceite de coco. Se pueden utilizar también otras fuentes de los grupos alcoholico, con inclusión de fuentes naturales vegetales y animales, así como de fuentes minerales. Así, se em
15 plean también disojail-, diseboil- y diseboil-hidrogeno-aminas, como asimismo las mono- y tri-aminas correspondientes a éstas. Generalmente, son muy preferibles las alcohol-aminas de cadena recta, aunque es permisible una cierta ramificación. Usualmente será sumamente deseable que las
20 aminas estén totalmente exentas de sustituyentes, en especial de aquellos sustituyentes que sean hidrófilos o que impidan que las aminas se disuelvan o se emulsionen en el agua de lavado en presencia de los otros constituyentes de estas composiciones.

25 En lugar de las aminas o como suplemento de ellas

408873



se pueden utilizar los diversos alcoholes grasos superiores, fosfatos ácidos alcohil-grasos superiores, ácidos grasos superiores o jabones de ácidos grasos superiores. Los alcoholes grasos superiores son saturados o mono-insaturados, tienen de 10 a 18 átomos de carbono y se derivan de los mismos materiales de los que se obtienen los grupos alcohilo de las alcohil-aminas. Esto es cierto también con respecto a los grupos alcohilo o alquenilo de los ácidos grasos superiores, los jabones y los fosfatos ácidos alcohil-grasos superiores. Ejemplos de antiespumantes adecuados de tales clases, con alcohilos o alquenilos correspondientes a los de las aminas, incluyen alcohol estearílico, ácido esteárico, estearato sódico, alcohol miristílico, alcohol laurílico, alcohol oleílico, alcohol cetílico, lauril-fosfato ácido de sodio, laurato sódico, miristato sódico, palmitil-fosfato ácido de potasio, alcohol cetílico, y oleil-fosfato ácido de sodio.

Una combinación preferida de agentes antiespumantes es la de una amina y un jabón soluble en agua. En tal combinación, el contenido de jabón es usualmente aproximadamente igual que el de amina o menor que éste, pero algunas veces puede ser hasta el doble del contenido de amina. De entre los jabones, son bien conocidos los de metal alcalino, de amonio, de alcanolaminas y otros jabones solubles en agua, y usualmente se derivan de mezclas de gra

408873



sas y aceites animales y vegetales. Estos se pueden considerar como derivados de ácidos grasos superiores de aproximadamente 10 a 20 átomos de carbono, preferiblemente de 12 a 18 átomos de carbono. Tales ácidos grasos se obtienen a partir de aceites, tales como aceite de nuez de coco, aceite de palma, aceite de almendra de palma, aceite de maíz, aceite de semilla de algodón y aceite de oliva, y de mantecas, grasas y aceites de origen animal, tales como sebo de buey, sebo de carnero, mantecas de cerdo y aceites de pescado. De entre los jabones, los mejores para los presentes propósitos son los jabones de metal alcalino, tales como los jabones de sodio mezclado de aceite de coco y sebo (o mezcla sebo-manteca), donde preferiblemente las mezclas contienen una proporción principal de sebo (o sebo-manteca) y una pequeña proporción, inferior al 40%, de aceite de coco. Las proporciones óptimas de aceite de coco y sebo son de 10 a 30% de aceite de coco y de 90 a 70% de sebo de buey o de una mezcla de dicho sebo y manteca. Sin embargo, para obtener los mejores efectos antiespumantes con las aminas, el jabón utilizado se seleccionará para la actividad óptima en la formulación particular. Los jabones se pueden añadir como jabón de caldera en el mezclador-agitador o bien se pueden añadir posteriormente en forma granular.

Además de los mejoradores de detergencia, detergentes, y compuestos antiespumantes, que son los constitu-

408873

-63



5 yentes esenciales de los productos obtenidos por los presentes procedimientos, pueden estar presentes también otros materiales, bien sea por sus efectos adicionales o porque generalmente están incluidos en alguno o algunos de los

10 constituyentes esenciales. Por ejemplo, el agua, aunque no se requiere en las composiciones sólidas o constituidas por partículas, está presente usualmente en ellas en una pequeña proporción. Puede formar parte del jabón incorporado o bien puede encontrarse en forma de agua de hidratación con una sal mejoradora de detergencia o de carga. Pueden estar presentes también materiales disolventes, emolientes, o humectantes, tales como alcanoles inferiores, dioles o polioles, con inclusión de etanol, isopropanol, propilenglicol, glicerina y sorbita, los cuales mejoran la solubilización de los diversos otros ingredientes y producen efectos adicionales deseables sobre los productos finales. Se pueden utilizar diversas sales de carga que no mejoran la detergencia pero aumentan el volumen y la capacidad de absorción para los constituyentes líquidos. Así, el sulfato de sodio y el cloruro de sodio son cargas satisfactorias, en especial el primero. De entre las sales de carga, aquellas que son hidratables tienen capacidad para la absorción de cualquier cantidad excesiva de agua que pueda estar presente, mejorando la naturaleza de libre fluencia del producto.

15

20

25

408873



Frecuentemente se utilizan abrillantadores fluorescentes para mejorar los efectos de blanqueo de los detergentes en los artículos lavados. Entre éstos se encuentran diversos abrillantadores de algodón, abrillantadores de poliamida, abrillantadores de poliéster y abrillantadores estables a las lejías. Estos pueden ser productos de reacción de cloruro cianúrico y la sal disódica del ácido diaminostilbendisulfónico, ácido bencidin-sulfona-disulfónico, aminocumarinas, derivados de difenil-pirazolina o naftotriazolil-estilbenos. Tales materiales se describen en el artículo titulado Optical Brighteners and their Evaluation (Abrillantadores Opticos y su Evaluación), por Per S. Stensby, una reimpresión de artículos publicados en Soap and Chemical Specialties (Jabón y Productos Químicos Especiales) en abril, mayo, julio, agosto y septiembre de 1967, especialmente en las páginas 3 a 5 de aquél. Los tintes fluorescentes o compuestos abrillantadores ópticamente activos sirven también para mejorar el aspecto de las composiciones detergentes divididas en partículas que los contienen, haciendo que tales composiciones aparezcan más blancas o más brillantes.

Agentes anti-redeposición, tales como las gomas orgánicas naturales y sintéticas, por ejemplo, carboximetilcelulosa sódica, polivinil-pirrolidona, hidroxipropil-metilcelulosa y poli(alcohol vinílico), se incluyen a menudo en las composiciones por sus efectos deseables en el mantenimien

408873

-6



to en dispersión de la suciedad desprendida a fin de que ésta se pueda separar por enjuagado del agua de lavado, en vez de volver a depositarse sobre la ropa lavada durante el escurrido.

5 Pueden estar presentes diversos otros coadyuvantes, tales como bactericidas, fungicidas, tintes, pigmentos dispersables en agua, agentes de formación de quelatos, antioxidantes, estabilizadores, y perfumes. Generalmente, las proporciones de tales coadyuvantes se mantendrán tan bajas como sea factible, siendo casi siempre menores del 20% de la composición, frecuentemente menores del 10% de la misma y preferiblemente menores del 5% de la misma, en total. Normalmente estará presente no más de 5% de cualquiera de tales compuestos, y preferiblemente, en la mayoría de los casos, 10 la cantidad de coadyuvantes será menor de 2%.

15 Las proporciones de los materiales esenciales en la composición detergente final pueden variar dentro de un amplio margen. Tales composiciones contendrán casi siempre de 10 a 95% de sal mejoradora de detergencia, de 1 a 30% de 20 detergente orgánico sintético y de 0,5 a 10% de material antiespumante, el cual está acompañado por un disolvente o diluyente del mismo. Preferiblemente, el detergente orgánico sintético es un detergente no iónico, y el diluyente o disolvente del agente antiespumante es tal detergente orgánico sintético no iónico, el cual se añade después a las 25

408873

-60



partículas base de mejorador de detergencia o detergente
secados por pulverización o físicamente comparables. La mez
cla de material antiespumante y disolvente o diluyente de
punto de fusión inferior constituye del 1 al 20% del produc
to. Los diversos porcentajes indicados arriba y en esta des
cripción están expresados, a no ser que se indique otra co
sa, con respecto al producto final.

El diluyente-detergente preferido, un alcohol gra
so superior poli(alcoxi inferior-alcanol inferior) que tie
ne un contenido de alcoxi inferior-alcanol inferior de 40
a 70%, en mezcla con el agente antiespumante, y mezclas si
milares, tienen una proporción de compuesto antiespumante
a detergente no iónico comprendida en el margen de 1:20 a
1:1. En tales productos, el punto de fusión de la amina
está comprendido usualmente entre 45 y 65°C, preferiblemen
te entre 50 y 60°C, y el del compuesto no iónico es de 10
a 35°C, preferiblemente de 25 a 35°C. En algunas composi
ciones preferidas, la sal mejoradora de detergencia compren
derá silicato sódico y estará presente también de 5 a 60%
de sulfato sódico, como carga inorgánica, el cual es hidra
table, a fin de eliminar el agua libre y facilitar la apti
tud de la composición para fluir fácilmente. Una fórmula
preferida de este tipo incluye de 5 a 80% de silicato sódico,
de 5 a 60% de sulfato sódico, de 1 a 20% de agua, de
0,1 a 2% ó 3% de agente anti-redeposición, por ejemplo,

408873

-6 D



poli(alcohol vinílico), polivinilpirrolidona, CMC sódica, preferiblemente carboximetilcelulosa sódica, y las proporciones descritas de detergente orgánico sintético no iónico y agente antiespumante, el cual es preferiblemente dicocoil-amina. En variaciones de tales fórmulas, en las que son permisibles carbonatos y fosfatos de metal alcalino, el producto puede incluir de 5 a 40% de sílica sódica, de 5 a 60% de carbonato sódico y de 10 a 60% de sulfato sódico en una formulación que no contenga fosfato, o de 5 a 40% de silicato sódico, de 5 a 35% de triplofosfato pentasódico, de 5 a 60% de carbonato sódico y de 10 a 60% de sulfato sódico. De un modo más específico, las fórmulas preferidas incluyen de 5 a 30% de silicato sódico, de 5 a 50% de sulfato sódico, de 2 a 12% de agua, de 1 a 6% de jabón de ácido graso superior y el diluyente y agente antiespumante mencionados, más el compuesto anti-redeposición. Generalmente, se utilizará al menos 2% del detergente orgánico sintético no iónico en las formulaciones descritas, y la proporción del mismo excederá rara vez del 15 al 20% del producto.

Las proporciones de aditivos que se utilizan se han dado con anterioridad, y será evidente para los expertos en la técnica que las presentes composiciones contendrán preferiblemente proporciones equilibradas de mejoradores de detergencia, detergentes, diluyentes, y compues-

408873 - 60



tos antiespumantes, junto con diversos coadyuvantes útiles y algo de humedad, tal como están presentes normalmente en las composiciones detergentes.

5 Dentro de los márgenes de proporciones dados para el producto final, se produce una composición detergente que no forma espuma. Aunque tales formulaciones son excelentes en cuanto a poder limpiador, no forman espuma, ni siquiera en las máquinas de lavado de tipo de tambor giratorio horizontal, en presencia de concentraciones de detergente aptas para el lavado en agua blanda. Tales concentraciones pueden ser de 0,05 ó 0,1% hasta aproximadamente 0,4%, siendo las concentraciones usuales de 0,15% a 0,2%. A tal concentración, por ejemplo, 0,18%, cuando se lava ropa limpia en agua de dureza cero a 50°C, se forman únicamente cantidades traza de jabonaduras, y éstas se disipan rápidamente. En presencia de la suciedad natural de la ropa sucia para lavar, no se produce nada de jabonaduras. En algún caso se puede apreciar una formación de jabonaduras que se desvanece, pero para todos los fines prácticos todas las composiciones son no espumantes. Cuando se añaden detergentes aniónicos sintéticos, los cuales son agentes espumantes excelentes, la presencia del material antiespumante hace que disminuya la cantidad de espuma que se produciría en caso contrario, y en muchos casos hace que la composición no forme espuma aun cuando esté presente una proporción de detergente aniónio

10

15

20

25

408873



5 nico que puede ser desde igual hasta el doble de la proporción de detergente no iónico. Así, las composiciones producidas por el método presente impiden la formación perjudicial de una espuma excesiva por las composiciones detergentes en aguas blandas y son totalmente no espumantes o prácticamente no espumantes, incluso en las condiciones físicas más extremas (operaciones en máquina lavadora de tambor giratorio horizontal), que son las más apropiadas para causar la formación de una espuma excesiva.

10 Para fabricar los detergentes de acuerdo con esta invención, se pulveriza por aspersión sobre una base de sal mejoradora de detergencia, del detergente, más cualesquiera otros ingredientes y coadyuvantes adecuados, en forma de partículas, el agente antiespumante más el diluyente del mismo. Aunque es posible pulverizar tal mezcla, con inclusión del compuesto antiespumante, sobre diversas bases constituidas por partículas, que comprenden materiales granulados, se obtienen los mejores resultados cuando la base se encuentra en forma globular, tal como se obtiene en el secado por pulverización. Las cuentas secadas por pulverización tendran usualmente una sección hueca en su interior y un conducto de paso de la superficie exterior al interior de las mismas. El tamaño de las partículas de las cuentas o gránulos sobre las que se pulveriza la composición antiespumante estará comprendido dentro del margen de 3360 a 74

15

20

25

408873



micras, comprobado por tamizado con la Serie de Tamices Normalizados en los EE.UU., preferiblemente entre 3360 y 105 micras, y más preferiblemente entre 2380 y 149 micras. La distribución por tamaños de partícula dentro de tal margen puede ser normal, aunque en algunos casos puede ser deseable separar partículas más finas de un producto molido, por ejemplo mediante tamizado. Preferiblemente, la mayoría de las partículas tienen un tamaño de 84 a 177 micras, menos del 10% pasan por el tamiz de 149 micras de abertura, y menos del 5%, preferiblemente menos del 1%, pasan por el tamiz de 74 micras de abertura. Cuanto menor es la proporción de finos presente, tanto mayor es la sobre-pulverización factible, y cuanto menor es la sobre-pulverización a utilizar es tanto menos crítico el contenido de finos. Tales bases se pueden obtener mezclando los diversos componentes sólidos de las mismas y triturándolos o reduciendo de cualquier otro modo el tamaño de los mismos, y clasificándolos o tamizándolos para dejarlos comprendidos dentro del margen de tamaños deseado. Preferiblemente, sin embargo, las partículas base del detergente se obtendrán mediante secado por pulverización de una suspensión acuosa o mezcla preparada en mezclador-agitador, usualmente a una temperatura elevada, por ejemplo, de 40 ó 60 a 90°C, y a una presión elevada, por ejemplo, de 14 a 140 kg/cm², en una torre de secado por pulverización que contiene un gas de secado a

27.11.72.

- 334

408873



una temperatura elevada, por ejemplo, de 150°C a 400°C.
Los tamaños de las gotitas que se forman en la torre son
aproximadamente los de las cuentas finales, pero pueden ser
inicialmente aproximadamente de un diámetro mitad de los
5 diámetros de dichas cuentas finales, produciéndose durante
el secado hinchamientos que son causa de aumentos del vo-
lumen de las cuentas y de disminuciones en las densidades
aparentes de las mismas. Las cuentas tendrán con frecuencia
una densidad aparente comprendida entre 0,1 y 0,8 g/ml. Su
10 contenido de humedad será de 1 a 15%, preferiblemente de
1 a 10%.

La composición de mezcla del mezclador-agitador
estará constituida preferiblemente sólo por sal mejoradora
de detergencia inorgánica, tal como silicato sódico, con
15 sal de carga, por ejemplo, sulfato sódico, y diversos otros
coadyuvantes en menor proporción. La mezcla del mezclador-
agitador puede contener también cierta cantidad de deter-
gentes no iónicos y agentes antiespumantes de los tipos
previamente descritos, pero el contenido de los mismos es-
20 tará limitado debido a que dichos ingredientes tienden a
ocasionar la formación de penacho. Usualmente, la propor-
ción de detergente no iónico del tipo de alcohol graso
poli(alcoxi inferior-alcohol inferior) será menor de 5% en
la mezcla del mezclador-agitador, preferiblemente menor
25 de 3%, y más preferiblemente, 2% o inferior. En los mejores

408873



procedimientos, no habrá cantidad alguna de este ingredien-
te no iónico en la mezcla del mezclador-agitador, y la to-
talidad del mismo a emplear se aplicará por pulverización
posterior. Este es también el método preferido para la in-
5 clusión del agente antiespumante en la composición deter-
gente, y normalmente no estará presente en la mezcla del
mezclador-agitador más de 2% de tal compuesto, preferible-
mente menos de 1% y más preferiblemente menos de 0,5% de
tal material. Proporciones mayores que las mencionadas, en
10 las composiciones particulares, serán usualmente causa de
la formación de penacho, lo cual es perjudicial debido a
sus efectos contaminantes del aire y también a causa de las
pérdidas económicas implicadas.

Proporciones sustanciales de detergentes no
15 iónicos, agentes antiespumantes y otros ingredientes y
coadyuvantes, tales como agentes anti-redeposición, mejo-
radores de detergencia adicionales, compuestos inductores
del flujo, por ejemplo, Satintone, perfumes, partículas
detergentes coloreadas, etc., se pueden añadir a las cuen-
20 tas que constituyen la base en el tambor giratorio de vol-
teo, y en algunos casos las cantidades de aditivos pueden
ser iguales a la cantidad de la base (si el mejorador de
detergencia constituye una adición posterior). Sin embar-
go, usualmente se emplea menos de la mitad de tal cantidad,
25 y preferiblemente, los materiales añadidos a las cuentas de

27.11.72.

408873-6



base en el tambor giratorio de volteo constituirán de 3 ó 5 a 25% de la composición final.

5 Cuando se prepara una mezcla de mezclador-agitador y se seca por pulverización la dispersión acuosa, la mezcla del mezclador-agitador tendrá usualmente un contenido de sólidos mayor de 25%, por ejemplo, comprendido entre 30 y 80%, y preferiblemente tendrá aproximadamente de 60 a 75% de sólidos. Debido a que los productos finales pueden tener esencialmente la misma composición que las
10 cuentas secadas por pulverización excepto el agua eliminada y una pequeña proporción de materiales añadidos a ellas, se puede considerar que las proporciones previamente indicadas para los productos son las utilizadas en la mezcla del mezclador-agitador. Por supuesto, en aquellos casos
15 en que se incorporan a la fórmula proporciones más importantes de aditivos en el tambor giratorio de volteo, las proporciones de material base se considerarán modificadas correspondientemente.

20 Después de secar las cuentas o bolitas base del detergente hasta un contenido de humedad comprendido en el margen de 1 a 20%, usualmente de 2 a 15%, las bolitas se mezclarán en el tambor giratorio de volteo inclinado, que puede formar un ángulo de aproximadamente 3 a 7° con la horizontal, más alto por el extremo de entrada, y la pulverización de antiespumante y diluyente será pulverizada so-
25

4088736



bre el lecho móvil de las bolitas, empleando el aparato ilustrado en las figuras 1 a 3. Las gotitas que constituyen la pulverización serán preferiblemente de pequeño tamaño, normalmente menores de 2 mm y frecuentemente de 5 a 1000 micras, preferiblemente de 100 a 1000 micras de diámetro. La temperatura de la pulverización dependerá en cierto grado de los puntos de fusión del compuesto antiespumante y del diluyente, pero usualmente estará comprendida dentro del margen de 40 a 90°C, preferiblemente de 50 a 70°C. A tales temperaturas, las pulverizaciones son líquidas y permanecen en estado líquido durante el período de tiempo en el que se están aproximando a las bolitas de detergente; sin embargo, se solidifican poco después de ello y no forman una película pegajosa sobre las bolitas. Las superficies de las bolitas que se encuentran en el interior del tambor giratorio de volteo se mantendrán en movimiento continuo, por ejemplo girando en el tubo a un régimen de 3 a 50 r.p.m., con lo cual se presentan continuamente nuevas superficies al líquido que se pulveriza sobre aquéllas.

El agente anti-redeposición que puede estar incluido en la fórmula, preferiblemente no se incorpora a las bolitas base por mezclado en el mezclador-agitador, sino que se añade en el tambor giratorio de volteo o en una operación separada después de haberse producido las bolitas. Así, de 0,1 a 5%, preferiblemente de 0,1 a 3% de un agente anti-rede

27.11.72.

408873

-6 D



posición de la suciedad constituido por una goma orgánica sintética o natural que tenga un tamaño de partícula comprendido en el margen de 3360 a 44 micras, preferiblemente de 149 a 74 micras, se puede incorporar por mezclado a las bolitas base del detergente antes de la pulverización del antiespumante más el diluyente, o bien se puede incorporar en el tambor giratorio después de haberse efectuado tal pulverización, o simultáneamente a ella. Preferiblemente, el agente anti-redeposición u otros materiales, en particular los materiales sólidos, que hayan de añadirse a la base, se añadirán en tal momento que la solidificación de la mezcla antiespumante más diluyente sobre la base mantendrá los materiales anti-redeposición en contacto con las bolitas, impidiendo la segregación o sedimentación durante el transporte. Jabón de ácido graso superior, empleado como agente antiespumante, se puede añadir con el agente anti-redeposición o con una mezcla de tales agentes por separado en el tambor giratorio de volteo, pero preferiblemente se incorpora en la proporción de 1 a 5% en la mezcla del mezclador-agitador.

Los productos detergentes antiespumantes obtenidos fluyen libremente y no son pegajosos, conteniendo la mezcla de detergente no iónico y antiespumante en la superficie de las bolitas, donde el antiespumante puede actuar inmediatamente y donde el detergente no iónico puede faci-

27.11.72.

408873

-6 D. 1972



litar la disolución de componentes de la base del detergen-
te. En algunos casos, tintes o pigmentos, por ejemplo, los
tintes fluorescentes, usualmente de 0,1 a 2% del producto,
pueden incorporarse en la pulverización del antiespumante,
5 y las superficies de los productos pueden abrillantarse o
colorearse de cualquier otro modo con la máxima efectividad.
En otras aplicaciones de la invención, se pueden utilizar
compuestos que tienen las propiedades físicas de los compues-
tos antiespumantes, sin hacer que el detergente deje de for-
10 mar espuma, para endurecer los materiales no iónicos u otros
materiales que hayan de pulverizarse sobre las superficies
detergentes. Por ejemplo, se pueden utilizar sólidos de pun-
to de fusión más alto para tal fin, así como aquéllos que son
céreos o que se asemejan al sebo duro en su aspecto.

15 En realizaciones preferidas de la invención, las
combinaciones de las propiedades deseadas de libre fluencia,
ausencia de pegajosidad, ausencia de producción de polvo fi-
no, detergencia efectiva, contaminación nula y facilidad de
fabricación estarán equilibradas de tal manera que se pueda
20 obtener un producto muy mejorado por un método de fabricación
comercialmente factible. Se ha encontrado que las caracterís-
ticas de flujo libre del producto y su facilidad de fabrica-
ción se pueden mejorar notablemente por utilización de boli-
tas de detergente comprendidas en el margen de tamaños de
25 3360 a 105 micras, si bien las dos propiedades indicadas se

27.11.72.

408873

-6



ven un tanto perjudicadas cuando están presentes cantidades mayores de finos.

Los ejemplos que siguen ilustran la invención, pero no deberían considerarse como limitantes de la misma. A no ser que se indique otra cosa, todas las temperaturas están expresadas en °C, y todas las partes están expresadas en peso.

EJEMPLO 1

		<u>Partes</u>
10	Carbonato sódico	15,0
	Tripolifosfato pentasódico	33,0
	Silicato sódico ($\text{Na}_2\text{O}:\text{SiO}_2 = 1:2,35$)	10,0
	Sulfato sódico	19,0
15	Humedad	10,0
	Alcohol graso superior polietoxilado (Neodol 45-11)	10,0
	Armeen 20 (dicocoil-amina)	2,0
	Perfume	0,2
20	Carboximetilcelulosa sódica (CMC) (de 149 a 74 micras)	0,8

Un producto de la formulación arriba indicada se fabrica de acuerdo con el método ilustrado en el dibujo y utilizando el aparato descrito en el mismo. El carbonato,

27.11.72.

408873



fosfato, silicato, sulfato y agua se mezclan en un mezclador-agitador o en otro tal mezclador semejante adecuado a una temperatura de aproximadamente 80°C, teniendo la mezcla del mezclador-agitador un contenido de sólidos de aproximadamente 65%, y siendo el resto agua. La mezcla del mezclador-agitador se seca por pulverización, utilizando aire de secado que pasa en dirección de flujo en contracorriente a través de una torre de pulverización, con una temperatura promedio en la torre de aproximadamente 240°C. La pulverización se efectúa a alta presión, aproximadamente de 28 kg/cm², a través de boquillas que producen gotitas muy finamente divididas de la mezcla homogénea del mezclador-agitador, de tamaños medios de partícula comprendidos en el margen de 0,2 a 2 mm.

Una vez completado el secado por pulverización, las bolitas están comprendidas en gran parte dentro del margen de 2380 micras a 74 micras, pasando sólo aproximadamente un 1% de las partículas por un tamiz de 74 micras de abertura de malla. Las cuentas o bolitas se alimentan continuamente a un tambor giratorio de volteo, inclinado aproximadamente 5° con respecto a la horizontal, y en él se mezcla continuamente con las bolitas una cantidad suficiente de CMC para producir el 0,8% deseado en el producto. Se mantiene un ligero vacío en el tambor para separar cualesquiera finos producidos, y la velocidad de rotación del tambor

27.11.72.

408873-8



se mantiene dentro del margen de 10 a 30 r.p.m. El lecho de bolitas en el tambor ocupa aproximadamente de la vigésima parte a la octava parte del volumen del tambor.

Mientras que se alimentan continuamente las bolitas que constituyen la base del detergente y la carboximetilcelulosa sódica, se pulveriza sobre las superficies móviles de tales materiales una mezcla caliente de Neodol 45-11 y Armeen 20 al mismo tiempo que se aplica a los materiales una pulverización de un perfume convencional, tal como se muestra. Los tamaños de las gotitas en las pulverizaciones del perfume y los compuestos antiespumantes están comprendidos dentro del margen de 5 a 1000 micras, siendo preferiblemente de aproximadamente 50 a 200 micras. Sin embargo, se utilizan también tamaños de gotitas mayores y más pequeñas, comprendidos dentro de este margen. Se prefiere que el mezclado inicial de los ingredientes descritos se haga antes de la pulverización, como en el recipiente de mezclado indicado, en el que se calientan aquéllos a una temperatura apropiada comprendida en el margen de 40 a 90°C, preferiblemente a aproximadamente 60°C, o en una estructura equivalente, tal como un mezclador de tubo en forma de T en el que los constituyentes calentados se mezclan entre sí en un tubo común de la T antes de ser pulverizados.

Para efectuar la pulverización deseada, las velocidades de alimentación de los productos al aparato de pul-

408873



verización y al tambor se regulan de tal modo que se apliquen las proporciones correctas de agente no iónico y agente antiespumante a las superficies de las bolitas base pulverizadas y secadas. Para evitar cualquier posible pegado de constituyentes líquidos a las paredes del tambor, es deseable que aquéllos sean agitados o batidos continuamente.

Después de la extracción del producto del tambor, aquél contiene cierta proporción de finos que se separan del mismo por vacío, como se ilustra en el dibujo, después de lo cual está inmediatamente listo para su envasado, como se ilustra también. El enfriamiento se efectúa por el flujo de aire sobre el producto después de la aplicación de la pulverización líquida o por contacto del producto con aire de refrigeración durante el paso a la máquina de llenado, y por radiación y conducción al equipo de llenado y sus alrededores.

El producto resultante, después de tamizado para separar cualesquiera grumos de tamaño excesivo, está comprendido dentro del margen de 2380 a 125 micras, según se desee, con una proporción muy pequeña de finos presente, pasando menos de 10% a través de un tamiz de 125 micras de abertura y menos de 1% a través de un tamiz de 74 micras. El producto fluye libremente en términos comparativos, a pesar de la adición de 12% de ingrediente no iónico y de amina al mismo. Es un detergente excelente, y no forma es-

408873

-6 OCT 1972



puma en su empleo ordinario. Durante su empleo, la presencia del detergente no iónico sobre la superficie del producto proporciona un efecto humectante inicial satisfactorio y contribuye a solubilizar las sales inorgánicas de las bolitas del detergente. Sin embargo, incluso cuando el ingrediente no iónico, que posee cierta tendencia a formar espuma, se libera casi inmediatamente, ocurre lo mismo con la amina antiespumante y, por consiguiente, el producto no forma espuma. Los materiales de recubrimiento de superficie contribuyen también a fijar la CMC a las bolitas de base e impiden la segregación de la misma.

Cuando, en algunos experimentos, se desea aumentar el caudal inicial del producto acabado, se puede soplar aire de refrigeración adicional sobre el producto y puede añadirse un agente inductor de flujo, tal como silicato de calcio, aluminato de calcio, aluminosilicato de calcio, arcillas y sílices (especialmente sílices pirógenas). En este experimento, cuando se incorpora al producto por mezclado de 0,5 a 1% de un agente comercial mejorador de flujo, vendido con el nombre de Satintone, en el extremo de aguas abajo del tambor, como se ilustra en el dibujo, el flujo se mejora de manera importante y se evitan los riesgos de formación de puentes u obstrucciones en el equipo de llenado.

Se obtienen resultados esencialmente iguales a los arriba indicados cuando, en lugar del tambor giratorio de

408873



volteo de escala piloto se utiliza el mezclador de tipo de
doble pared de escala piloto o de laboratorio, preferible-
mente también en operación continua. Tales resultados se ob-
tienen también cuando los materiales base utilizados están
5 granulados, en lugar de estar secados por pulverización,
aunque la uniformidad del producto no es tan satisfactoria
y su caudal se ve disminuido.

Cuando, en lugar de la mitad de la dicocoil-amina,
se utiliza alcohol cetílico, la combinación de agentes anties-
10 pumantes con el detergente no iónico forma una pulverización
aceptable, y los productos obtenidos son detergentes útiles,
que no forman espuma, y que fluyen libremente. Cuando se va-
rían las proporciones del compuesto no iónico, dentro del
margen de 2 a 20%, los detergentes producidos fluyen en esen-
15 cia libremente, fluyendo más libremente aquéllos que tienen
un contenido menor de ingrediente no iónico, y constituyen
detergentes excelentes, con, como podría esperarse, aquéllos
que contienen mayores proporciones de Neodol 45-11 reempla-
zado con Alfonio 1618-65 ó Plurafac B-26, los productos ob-
20 tenidos fluyen también libremente y exhiben una detergencia
satisfactoria, al propio tiempo que no forman espuma.

Cuando el contenido de carbonato sódico se reduce
a 5% ó 0%, aumentándose correspondientemente las proporcio-
nes de sulfato sódico y silicato sódico, el producto tiene
25 un pH más bajo, comprendido todavía en el margen de 8 a 10,

27.11.72.

408873

-60



es un detergente satisfactorio, no forma espuma y fluye libremente. En los casos en que las propiedades de flujo no son tan satisfactorias como se desea, se reemplaza una parte del silicato sódico con silicato sódico hidratado añadido posteriormente y se mezcla con el resto de la composición detergente en el tambor giratorio de volteo. Cuando se eliminan de la fórmula tanto el carbonato sódico como el tripofosfato sódico, siendo reemplazados por aumentos proporcionales de los contenidos de sulfato y silicato, se produce un detergente que fluye libremente y que no forma espuma. En todas las modificaciones indicadas de la fórmula básica, se emplea el aparato ilustrado en el mayor grado en que sea factible.

15 Cuando se omite de la fórmula la dicocoil-amina o el antiespumante de amina alifática equivalente, el producto es un detergente satisfactorio y fluye libremente, pero forma una cantidad de espuma inconveniente. Asimismo, las características de flujo no son tan satisfactorias como cuando está presente la amina. Cuando se omite el detergente no iónico de la pulverización de la amina sobre las bolitas de detergente, las bolitas no se recubren satisfactoriamente con la amina debido a que ésta tiende a endurecerse antes de ponerse en contacto con las bolitas.

25 En algunos experimentos, se añade hasta 3 ó 4% de la dicocoil-amina u otro agente antiespumante de amina alifá

408873



5 tica semejante con el detergente no iónico para acrecentar las propiedades antiespumantes del producto. Cuando en lugar de aplicar por pulverización posterior la mezcla de ingrediente no iónico y antiespumante de amina sobre las bolitas de base, se incorporan las mismas proporciones de tales materiales en la mezcla del mezclador-agitador, después del secado por pulverización se produce una formación de penacho muy perjudicial y se registran pérdidas económicas importantes de los materiales antiespumante y detergente.

10

EJEMPLO 2

	<u>Partes</u>
Cenizas de sosa	61,4
25 Jabón (85:15 sebo-coco)	2,0
Detergente orgánico sintético no iónico (etoxilato de alcohol graso lineal C _{14,15} de 11 grupos etoxi por mol)	2,0
Silicato sódico (Na ₂ O:SiO ₂ = 1:2,4)	10,0
Abrillantadores fluorescentes	1,0
20 Agua	10,0
Detergente orgánico sintético no iónico (etoxilato de alcohol graso lineal C _{14,15} de 11 grupos etoxi por mol)	10,0
Dioceoil-amina	1,0
Perfume	0,2
25 Carboximetilcelulosa sódica	2,4

408873⁻⁶



Utilizando una torre de secado por pulverización de producción comercial del tipo de contracorriente, se se ca por pulverización una composición detergente para servi cio severo de la fórmula descrita que no contiene fosfato, 5 sin la segunda cantidad del ingrediente no iónico, y sin amina, perfume y CMC, durante un período de aproximadamen te 80 minutos a partir de siete cargas de mezclador-agita dor. La temperatura del mezclador-agitador es de 80°C, el promedio de sólidos en el mezclador-agitador es 59%, y el 10 ritmo de producción de la torre de pulverización tiene un promedio de 8165 kg de producto por hora. Se producen diez vagonetas de carga de bolitas, utilizando otras condiciones de torre normalizadas, semejantes a las del Ejemplo 1.

Después del secado por pulverización de las boli 15 tas base del detergente, las cuales tienen tamaños de partí cula comprendidos en el margen de 2380 a 149 micras, el de tergente no iónico y el agente antiespumante de amina alifá tica se pre-mezclan, se mantienen a 70°C, y se pulverizan sobre las bolitas, mezclados con CMC, mientras que se vol- 20 tean las mismas en un tambor giratorio.

El producto inicial, sin sobre-pulverización del ingrediente no iónico, la amina, el perfume, y la CMC, tie ne una medida de caudal excelente; incluso después de la adi 15 ción del 13,6% de sobre-pulverización o material de recubri miento superior la medida de caudal es casi tan satisfacto- 25

408873

-6 D 16. 1972



ria como antes.

5 Cuando el producto se mezcla con GMC (1%), silicato hidratado (15%) y perfume (0,5%) adicionales, fluye todavía satisfactoriamente. Análogamente, cuando el contenido de jabón se aumenta o disminuye a 4% ó 1%, respectivamente, se obtiene un producto que fluye bien. Se observa que la densidad del producto final se puede modificar cambiando el contenido de jabón, conduciendo la proporción mayor de jabón a un producto menos denso. No obstante, todos los productos de esta clase tienen densidades comprendidas entre 0,3 y 0,7 g/ml.

EJEMPLOS 3 y 4

15		3	4
		<u>Partes</u>	
	Tripolifosfato pentasódico	33,0	33,0
	Silicato sódico ($\text{Na}_2\text{O}:\text{SiO}_2 = 1:2,35$)	7,5	7,5
	Cenizas de sosa	0,0	10,0
20	Neodol 45-11	2,0	2,0
	Abrillantadores fluorescentes	1,0	1,0
	Tridecilsulfonato lineal (sal sódica)	5,0	5,0
	Sulfato sódico	35,3	25,3
25	Agua	6,0	6,0

27.11.72.

- 49 -

408873



-6

EJEMPLOS 3 y 4 (Continuación)

	<u>3</u>	<u>4</u>	
	<u>Partes</u>		
5	Neodol. 45-11	6,0	6,0
	Dicocoil-amina	2,0	2,0
	Perfume	0,2	0,2
	CMC	2,0	2,0
10	Empleando esencialmente las mismas condiciones <u>in</u>		
	dicadas en el Ejemplo 1, siendo el ritmo de producción de		
	la torre aproximadamente 454 kg/hora, siendo las presiones		
	en las boquillas de pulverización de 21,1 a 42,2 kg/cm ² ,		
	y siendo las temperaturas medias de la torre de aproximada-		
15	mente 200°C, con excepción del Neodol, amina, perfume y CMC		
	que se añaden posteriormente, las formulaciones se secan por		
	pulverización, dando como resultado productos constituidos		
	por partículas, las cuales están comprendidas sustancialmen-		
	te en su totalidad (más del 90%) dentro del margen de tama-		
20	ños de 2380 a 149 micras, que tienen una densidad aceptable		
	comprendida dentro del margen de 0,3 a 0,5 g/ml, con conte-		
	nidos de humedad dentro del margen de 7 a 10%, y con propie-		
	dades de flujo excelentes. Después de la pulverización pos-		
	terior con la mezcla de ingrediente no iónico y antiespumante,		
25	la incorporación del perfume y la adición de CMC, la den		

27.11.72.

408873



Los productos de las fórmulas arriba indicadas se fabrican de acuerdo con el método previamente descrito en el Ejemplo 1, secándose por pulverización las cuentas base e incorporándose los constituyentes CMC, Alfol, DCA, Neodol, perfume y Satintone como adición posterior de la manera ya
5 indicada.

Los productos obtenidos fluyen satisfactoriamente, tienen los tamaños de partícula deseados descritos, son excelentes detergentes y no forman espuma en las circunstancias normales. Esto es un tanto sorprendente si se tiene
10 en cuenta el contenido excepcionalmente grande de detergente aniónico. Para hacer el producto no espumante con mayor seguridad en todas las condiciones, se reduce el contenido de LAS a 10% y se aumentan proporcionalmente los contenidos
15 de silicato y sulfato, obteniéndose también un producto de características semejantes que fluye satisfactoriamente. Cuando se añaden en el mezclador-agitador la dicocoil-amina, el alcohol graso y el detergente no iónico de "sobrepulverización", la formación de penacho es sumamente inconveniente durante el secado por pulverización.
20

La invención se ha expuesto con respecto a diversas descripciones y ejemplos ilustrativos de la misma. No debe limitarse a dichas descripciones y dichos ejemplos, ya que sería evidente para los expertos en la técnica que se
25 pueden hacer sustituciones y se pueden emplear materiales

408873



equivalentes sin desviarse del espíritu de la invención.

La presente solicitud, que corresponde a la presentada en Estados Unidos de América, el 30 de Noviembre de 1971, bajo el N° 203.366, se acoge a los beneficios del Artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

REIVINDICACIONES

10

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:

15

1.- Un método de fabricación de una composición detergente constituida por partículas que fluyen libremente y que no forman espuma en absoluto o esencialmente, composición que contiene un material antiespumante que es normalmente sólido y que se descompone, se vaporiza o forma penacho a una temperatura de 100 a 400°C, que comprende producir una base detergente sólida constituida por partículas, pulverizar sobre las superficies de la base producida, mientras que se voltea en tambor giratorio o se mezcla, una mezcla líquida fundida o solución de tal material antiespumante y un disolvente o diluyente de punto de fusión

20

25

27.11.72.

mCe

408873

-6 DIC



más bajo que mantiene el ingrediente antiespumante en estado líquido hasta que se pone en contacto con las cuentas de detergente, y solidificar el material antiespumante sobre tales cuentas.

5 2.- Un método de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la composición detergente producida comprende de 1 a 30% de un detergente orgánico sintético no iónico, de 10 a 95% de sal mejoradora de detergencia y de 0,5 a 10% de material antiespumante, la mezcla de material antiespumante y disolvente o diluyente de punto de fusión más bajo
10 constituye del 1 al 20% del producto, el diluyente es un detergente sintético no iónico, el material antiespumante es un material que forma penacho cuando se seca por pulverización en la composición detergente en aire de secado a
15 una temperatura comprendida entre 100° y 400°C, y la base de detergente se obtiene mediante secado por pulverización de constituyentes de la composición detergente.

 3.- Un método de acuerdo con la reivindicación 2, en el que el detergente no iónico es un derivado de poli-alcanol inferior sustituido con alcoxilo inferior de un compuesto hidrófobo que contiene el grupo hidroxilo, la sal
20 mejoradora de detergencia es un silicato, carbonato, fosfato, nitrilotriacetato o mezcla de los mismos, el material antiespumante es una amina alifática superior, un ácido graso superior, un alcohol graso superior, un fosfato ácido de
25

27.11.72.

McE

408873



26 DIC. 1972

alcoholo graso superior o mezcla de los mismos, y se continúa el volteo en tambor giratorio o el mezclado hasta que el detergente no iónico y el material antiespumante se solidifican sobre las cuentas de detergente y se produce una
5 composición detergente uniforme que fluye libremente.

4.- Un método de acuerdo con la reivindicación 3, en el que la sal mejoradora de detergencia se selecciona del grupo constituido por silicato sódico de proporción $\text{Na}_2\text{O}:\text{SiO}_2$ comprendida entre 1:1,6 y 1:3 carbonato sódico,
10 bicarbonato sódico, pirofosfato tetrasódico, tripolifosfato pentasódico, nitrilotriacetato trisódico y mezclas de los mismos, dicho mejorador de detergencia se encuentra en forma de cuentas secadas por pulverización, de tamaños de
15 partícula comprendidos en el margen de 3360 a 74 micras, un detergente no iónico pulverizado sobre las cuentas de sal mejoradora de detergencia como disolvente o diluyente de punto de fusión más bajo es un alcohol graso superior
20 poli(alcoxi inferior-alcanol inferior) que tiene un contenido de alcoxi inferior-alcanol inferior de 40 a 70%, el material antiespumante es una alcohol-amina superior y la temperatura a la que la mezcla líquida de detergente no iónico y amina se pulveriza sobre las cuentas de sal mejoradora de detergencia está comprendida dentro del margen de 40 a 90°C.

25 5.- Un método de acuerdo con la reivindicación 3,

27.11.72.

mle

408873

-6 D/



en el que la sal mejoradora de detergencia se selecciona del grupo constituido por silicato sódico de proporción $\text{Na}_2\text{O}:\text{SiO}_2$ comprendida entre 1:1,6 y 1:3, carbonato sódico, bicarbonato sódico, pirofosfato tetrasódico, tripolifosfa
5 to pentasódico, nitrilotriacetato trisódico y mezclas de los mismos, el material mejorador de detergencia se encuentra en forma de cuentas secadas por pulverización, de tamaños de partícula comprendidos dentro del margen de 3360 a 74 micras, un detergente no iónico pulverizado sobre las
10 cuentas de sal mejoradora de detergencia como disolvente o diluyente de punto de fusión más bajo es un alcohol graso superior poli(alcoxi inferior-alcanol inferior) que tiene un contenido de alcoxi inferior-alcanol inferior de 40 a 70%, el material antiespumante es un alcanol superior y la
15 temperatura a la que la mezcla líquida de detergente no iónico y alcanol se pulveriza sobre las cuentas de sal mejoradora de detergencia está comprendida dentro del margen de 40 a 90°C.

6.- Un método de acuerdo con la reivindicación 4,
20 en el que las cuentas secadas por pulverización tienen un tamaño de partícula comprendido dentro del margen de 3360 a 105 micras y comprenden silicato sódico y 5 a 60% de sulfato sódico, la mezcla de alcohol-amina superior y alcohol graso superior poli(alcoxi inferior-alcanol inferior) es
25 una mezcla de dialcohol-amina grasa superior y alcohol gra

27.11.72.

mc

408873

-6



so superior poli(etoxi-etand), siendo la proporción de amina a tal compuesto de etanol de 1:20 a 1:1, y de 0,1 a 5% de un agente anti-redeposición de suciedad constituido por una goma orgánica sintética o natural de un tamaño de partícula comprendido en el intervalo de 3360 a 44 micras se voltea en tambor con las cuentas de sal mejoradora de detergencia mientras que la mezcla fundida de detergente no iónico y amina se pulveriza sobre las mismas.

7.- Un método de acuerdo con la reivindicación 6, que comprende secar por pulverización una mezcla de mezclador-agitador que tiene un contenido de sólidos de 60 a 75% en un medio gaseoso a una temperatura de 100 a 400°C para producir cuentas comprendidas en el margen de tamaños de partícula de 3360 a 149 micras que comprenden de 5 a 40% de silicato sódico, de 10 a 60% de sulfato sódico y de 1 a 20% de agua, voltear tales cuentas en un tubo o tambor giratorio que tiene un eje inclinado de 0 a 15° con respecto a la horizontal, mezclar dichas cuentas secadas por pulverización con 0,1 a 3% de carboximetilcelulosa sódica que tiene un tamaño de partícula comprendido en el margen de 149 a 74 micras y pulverizar sobre las superficies de las cuentas que se están volteando, en forma de una pulverización finamente dividida a una temperatura de 50 a 70°C y con tamaños de las gotitas que constituyen la pulverización comprendidos dentro del margen de 5 a 1000 micras, una

27.11.72.

MCE

408873

-60



mezcla de dicocoil-amina y alcohol graso superior-poli(eto
xi-etanol) en la que el alcohol graso superior del alcohol
tiene como promedio de 14 a 15 átomos de carbono y el con-
tenido de grupos óxido de etileno es aproximadamente de .11,
5 y solidificar la mezcla de amina y detergente no iónico so-
bre las superficies de las cuentas mejoradoras de detergen-
cia.

8.- Un método de acuerdo con la reivindicación 7,
en el que la mezcla del mezclador-agitador es de tal compo-
10 sición que las cuentas mejoradoras de detergencia secadas
por pulverización incluyen de 5 a 40% de silicato sódico,
de 5 a 60% de carbonato sódico, y de 10 a 60% de sulfato só-
dico.

9.- Un método de acuerdo con la reivindicación 8,
15 en el que la mezcla del mezclador-agitador es de tal compo-
sición que las cuentas mejoradoras de detergencia secadas
por pulverización incluyen de 5 a 40% de silicato sódico, de
5 a 35% de tripolifosfato sódico, de 5 a 60% de carbonato só-
dico y de 10 a 60% de sulfato sódico.

20 10.- Un método de acuerdo con la reivindicación 7,
en el que las cuentas secadas por pulverización, antes del
tratamiento subsiguiente, comprenden de 5 a 30% de silicato
sódico, de 5 a 50% de sulfato sódico, de 1 a 10% de agua, me-
nos de 3% de alcohol graso superior-poli(etoxi-etanol), de 1
25 a 6% de jabón de ácido graso superior, y no contienen canti-

27.11.72.

mte

408873



21 JUN. 1974

dad alguna de agente antiespumante de alcohol-amina
grasa superior, sal mejoradora de detergencia de fos-
fato ni sal mejoradora de detergencia de carbonato,
la mezcla de dicocoil-amina y alcohol graso superior-
5 -poli(etoxi-etanol) contiene menos de 1% de agua y
se lleva a cabo continuamente la pulverización de di-
cha mezcla sobre las cuentas que se están volteando
en el tambor giratorio, mientras que tales cuentas
avanzan a lo largo del tambor en un procedimiento de
10 fabricación continuo.

11.- Un método de fabricación de una compo-
sición detergente constituida por partículas que flu-
yen libremente.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que
15 antecede, representado en los dibujos que se acompa-
ñan y para los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de cincuenta y nueve
hojas escritas a máquina por una sola cara.

20

Madrid,

21 JUN. 1974

P.A.

Atestado de Elizabeth

ME

10-6-74

- 59 -

MFM

408873

I/I 408873

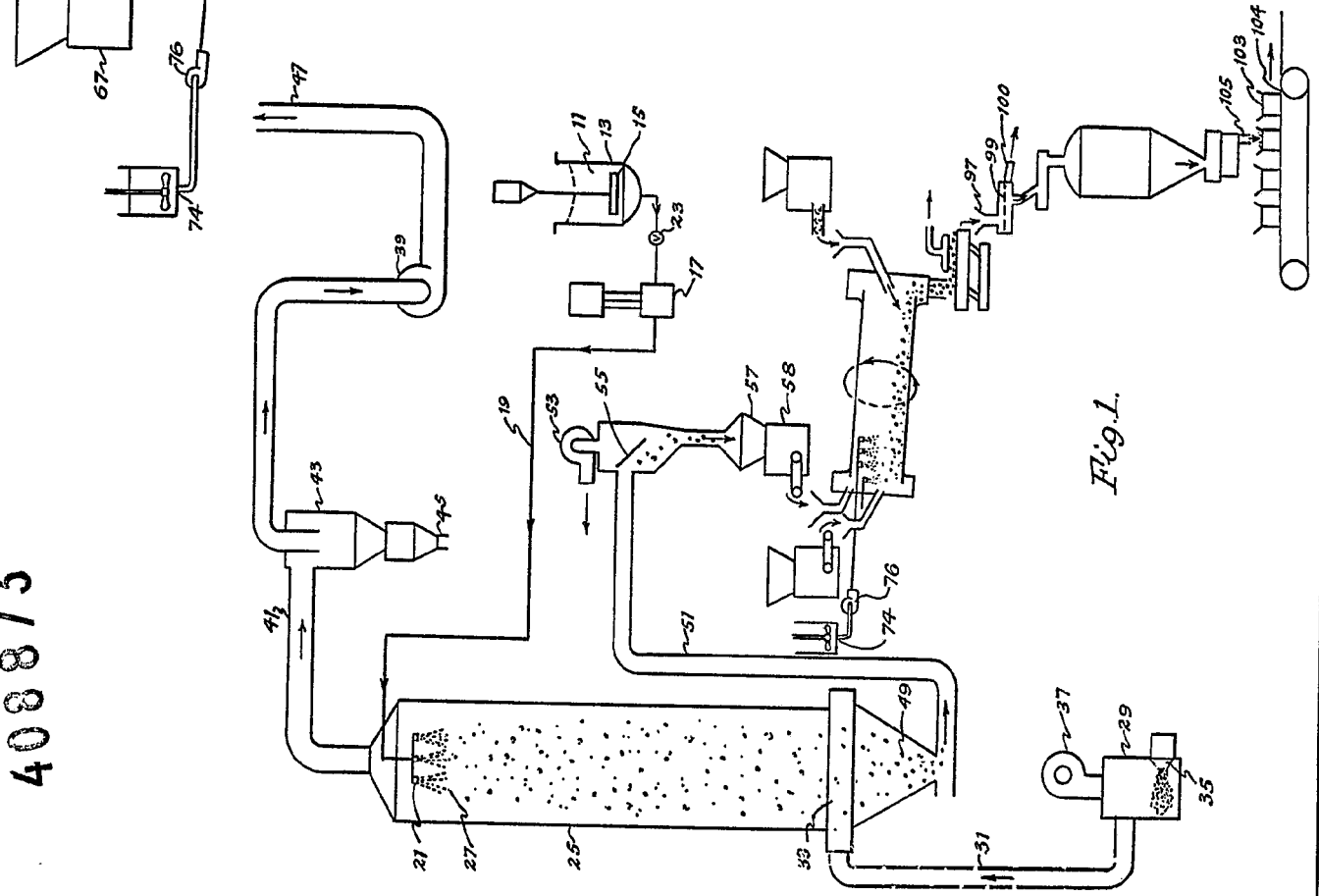


Fig. 1.

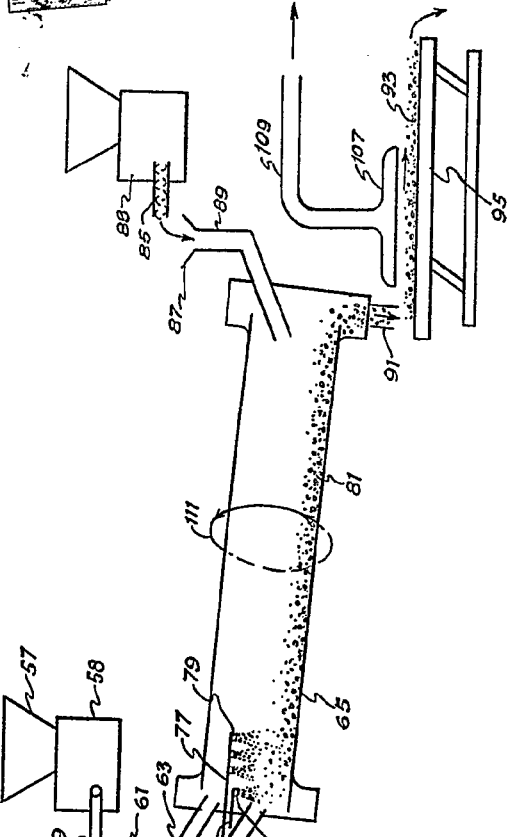


Fig. 2.

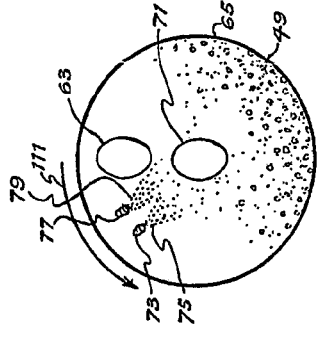


Fig. 3.

AUGUST C. ...

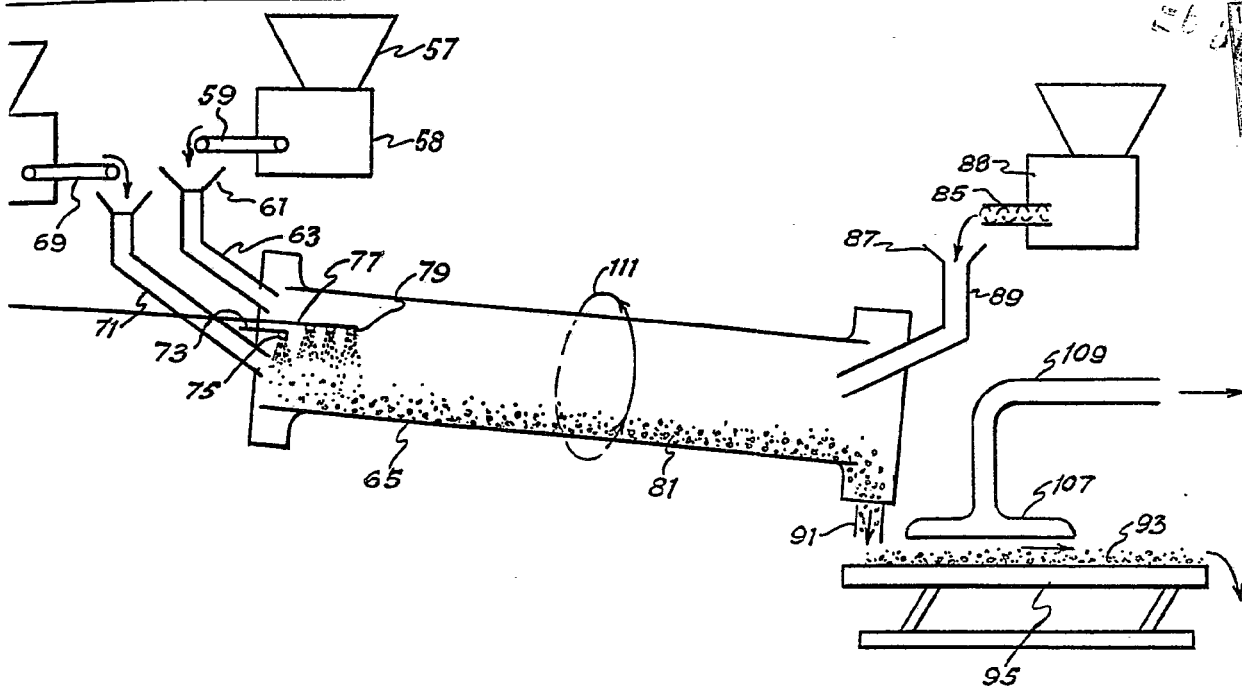


Fig. 2.

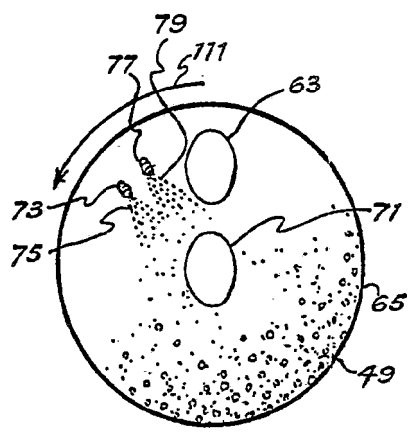


Fig. 3.

Albert G. ...
Patent