

Nº 428.838



Int. Cl.ª: C11D

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de un...

PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: UNILEVER N.V.

RESIDENCIA: Burgemeester s^tJacobplein 1,

ROTTERDAM, Holanda.

ENUNCIADO: UN PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION
DE UN POLVO DETERGENTE.

Prioridad: Patente británica n.º 36593/73 del 1.8.1973

1 Esta invención se refiere a un procedimiento para uso
en la producción de composiciones detergentes en partículas
que, como uno de los ingredientes activos detergentes, con-
tiene un agente tensoactivo no iónico, especialmente del tipo
5 de alcohol o ácido alcoxilado.

Las composiciones detergentes en partículas que con-
tienen agentes tensoactivos no iónicos pueden prepararse por
procesos de secado por atomización muy conocidos. Uno de los
problemas que el secado por atomización de las suspensiones
10 que contienen agentes tensoactivos no iónicos introduce es
el de la estabilidad. Los agentes no iónicos son menos es-
tables a altas temperaturas en presencia de aire que los
agentes aniónicos normalmente utilizados para preparar las
composiciones detergentes secadas por atomización. En otras
15 palabras, los agentes no iónicos están expuestos a sufrir una
autooxidación. El término "autooxidación" se utiliza aquí
para incluir la situación en la que la sustancia que está
siendo secada por atomización se calienta espontáneamente de-
bido al contacto con el oxígeno y no está limitado a la si-
20 tuación en que la sustancia experimenta una combustión espon-
tánea. La temperatura a la cual el polvo se vuelve auto-calen-
table se denomina temperatura de auto-oxidación.

Ahora hemos descubierto que la incorporación de una can-
tidad relativamente amplia de un compuesto amínico o amínico sus-
25 tituido en la suspensión alimentada a la torre de secado por
atomización ejerce un efecto beneficioso, elevando la temperatu-
ra a la cual se produce la autooxidación del agente tensoactivo no iónico.

De acuerdo con esta invención, se proporciona un proce-
dimiento para producir una composición detergente en partí-
30 culas que contiene un agente tensoactivo no iónico, que

**POOR
QUALITY**

1 consiste en secar por atomización una suspensión que contie-
ne el agente tensoactivo no iónico y una cantidad de un com-
puesto amínico o amínico sustituido suficiente para consti-
5 tuir por lo menos el 4 % del peso del polvo secado por atomi-
zación.

Preferiblemente, la suspensión contiene una cantidad
de dicho compuesto suficiente para que la composición deter-
gente en partículas resultante lo contenga en una propor-
ción del 6 % en peso como mínimo.

10 La invención también se refiere a la composición deter-
gente en partículas así producida.

Los compuestos amínicos o amínicos sustituidos adecua-
dos son las alcanolaminas, como etanolamina y las alcanol-
amidas de cadena larga, por ejemplo las monoetanolamidas y
15 las dietanolamidas del hueso de palma, del sebo láurico y del coco,
proteínas, por ejemplo gelatina y mezclas de estos productos.
También pueden utilizarse las amidas como la acetamida y la
urea.

20 En una modificación del invento, cuando el compuesto
que contiene el grupo amino es distinto de una alcanolamida,
por ejemplo un material como la hexamina o la gelatina, pue-
den utilizarse proporciones menores del 4 %.

25 El problema de la autooxidación en la torre de secado
por atomización es pronunciado con los polvos que contienen
agentes tensoactivos no iónicos con un alto contenido en
óxido de etileno o en otro óxido de alquileno. Sin embargo,
el procedimiento de esta invención no es aplicable solamente
a esos polvos sino también a los que contienen otros agentes
30 tensoactivos no iónicos. Son ejemplos de agentes tensoacti-
vos no iónicos adecuados los siguientes: condensados de al-

1 quilfenoles con un grupo alquilo (derivado, por ejemplo, de
propileno polimerizado, di-isobutileno, octeno, dodeceno o
noneno), conteniendo alrededor de 6 a 12 átomos de carbono
5 en una configuración de cadena lineal o ramificada, con al-
rededor de 5 a 25 moles de óxido de etileno por mol de al-
quilfenol; condensados conteniendo alrededor de 40 a 80 % en
peso de polioxi-etileno y con un peso molecular de 5000 a
11.000 aproximadamente, resultantes de la reacción del óxido
de etileno, con el producto de reacción de la etilendiamina
10 y un exceso de óxido de propileno, condensados de alcoholes
alifáticos de cadena lineal o ramificada conteniendo de 8 a
18 átomos de carbono con óxido de etileno, v.g. un condensado
de alcohol de coco y óxido de etileno conteniendo alrededor
de 4 a 30 moles de óxido de etileno por mol de alcohol de
15 coco; óxidos de aminas terciarias de cadena larga correspon-
dientes a la fórmula general $R_1R_2R_3N \rightarrow O$, donde R_1 es un
radical alquilo que contiene de 8 a 18 átomos de carbono
aproximadamente y R_2 y R_3 son cada uno de ellos un radical
metilo, etilo o hidroxietilo, tales como óxido de dimetil-
20 dodecilamina, óxido de dimetil-octilamina, óxido de dimetil-
hexadecilamina, y óxido de N-bis(hidroxietil)dodecilamina;
óxido de fosfina terciaria de cadena larga, óxido de dime-
tiltetradecilfosfina, óxido de etilmetil-tetradecilfosfina,
óxido de dimetilestearilfosfina, óxido de etilpropilcetil-
25 fosfina, óxido de dietildodecilfosfina, óxido de bis(hidro-
ximetil)dodecilfosfina, óxido de bis(2-hidroxietil)dodecil-
fosfina, óxido de 2-hidroxipropilmetiltetradecilfosfina,
óxido de dimetiloleilfosfina y óxido de dimetil-2-hidroxido-
30 decil-fosfina; y sulfóxidos de dialquilo correspondientes a
la fórmula general $RR'S \rightarrow O$, donde R es un radical alquilo

1 alqueno, β - o γ -monohidroxialquilo, o un radical alquilo
o β - o γ -monohidroxialquilo conteniendo uno o dos átomos de
oxígeno más en la cadena, conteniendo los grupos R de 10 a
5 18 átomos de carbono y donde R' es un radical metilo, etilo
o alquilol, tal como dodecilmetilsulfóxido, tetradecilmetil-
sulfóxido, 3-hidroxitridecilmetilsulfóxido, 2-hidroxidodecil-
metilsulfóxido, 3-hidroxi-4-dodecilo xibutilmetilsulfóxido,
2-hidroxi-3-decilo xipropilmetilsulfóxido, dodeciletilsulfó-
xido, 2-hidroxidodeciletilsulfóxido y dodecil-2-hidroxietil-
10 sulfóxido.

Los agentes tensoactivos no iónicos preferidos son:

1. Condensados de nonilfenol y 8, 10, 12 y 15 moles de óxido de etileno
2. Tergitol 15-S-7, 9, 12 y 15
3. Tergitol 45-S-7, 9, 10, 12 y 15
- 15 4. Dobanol 25-7, 9, 12 y 15
5. Dobanol 45-7, 9, 12 y 15
6. Softanol 70 y 90 (que contiene 7 y 9 moles de óxido de
etileno respectivamente)
7. Alfol 12/14 y 14/12-7, 9, 12 y 15
- 20 8. Synperonic 7, 9, 11 y 15
9. Acropol 35 7EO, 35 9EO y 11EO

Todos estos materiales son alcoholes etoxilados. Los
Synperonics (marca registrada de las Imperial Chemical In-
dustries Limited), los Dobanols (marca registrada de Shell
25 Chemicals Limited) y los Acropols (marca registrada de UGINE
Kuhlman) son derivados etoxilados de alcoholes primarios
preparados por el procedimiento Oxo. Por consiguiente, estos
alcoholes contienen una cierta proporción de materiales rami-
ficados. Los Alfols (marca registrada) derivan de los alcoh
30 les Condea-Ziegler y por lo tanto están menos ramificados.
Los tergitols (marca registrada de la Union Carbide Corpora-

1 tion) y los Softanols (marca registrada de la Japan Catalytic
KK) derivan de alcoholes secundarios lineales.

5 En esta memoria, el término "agente tensoactivo no
iónico" no incluye ninguna alquil-alcanolamida que tenga ac-
tividad detergente.

10 Los agentes tensoactivos no iónicos normalmente esta-
rán presentes en una proporción de aproximadamente 2 a 20%
en peso cuando hay presentes otros compuestos activos deter-
gentes, por ejemplo jabón y/o un detergente aniónico y de 5
a 8 % en peso aproximadamente del polvo secado por atomiza-
ción cuando son la única especie activa detergente.

15 Además de un agente tensoactivo no iónico y un com-
puesto amínico o amínico sustituido, la suspensión introduci-
da en la torre de secado por atomización puede contener otros
compuestos activos detergentes, materiales reforzantes, auxi-
liares contra la redeposición, aditivos para mejorar las pro-
piedades de la suspensión y humedad.

20 Uno o más materiales reforzantes estarán generalmente
presentes en una proporción del orden del 10 al 80 %, prefe-
riblemente del 20 al 55 % en peso del polvo secado por ato-
mización. Los materiales reforzantes pueden ser reforzantes
del tipo de fosfato como orto-, piro o tripoli-fosfato sódico
o mezclas de los mismos, o pueden ser otros reforzantes,
25 por ejemplo carbonato sódico, silicato sódico, citrato sódico,
oxidiacetato sódico, nitrilotriacetato sódico, etilen-
diaminotetraacetato sódico, sales sódicas de ácidos dicar-
boxílicos de cadena larga, por ejemplo ácidos (C₁₀ a C₂₀)
succínicos y malónicos de cadena lineal, carboximetiloxisuc-
cinato sódico, sales sódicas de ácidos monocarboxílicos
30

1 α -sulfonados de cadena larga y almidones modificados como
los almidones oxidados, por ejemplo empleando hipoclorito sódico,
en los que algunas unidades de anhidroglucosa han sido
abiertas para dar unidades dicarboxilo.

5 El silicato sódico también puede estar presente como
inhibidor de la corrosión.

 Son ejemplos de agentes contra la redeposición adecuados
para uso en el procedimiento de este invento la carboximetilcelulosa
sódica y los copolímeros de diversos monómeros
10 etilénicos.

 Algunos o todos los agentes tensoactivos no iónicos
y/o algunos o todos de los compuestos amínicos o amínicos sustituidos
pueden ser inyectados en la suspensión inmediatamente
antes del secado por atomización.

15 Después de que la suspensión ha sido secada por atomización,
pueden añadirse al polvo resultante diversos ingredientes convencionales
de las composiciones detergentes para el lavado de tejidos, en las
cantidades habituales, mediante técnicas de post-dosificación normales.
20 Como ejemplos de estos ingredientes adicionales citaremos los
estimulantes de la espuma que pueden ser agregados por post-dosificación
además del material incorporado a la suspensión de acuerdo con este
invento, sales inorgánicas como sulfatos de sodio y magnesio,
agentes blanqueantes que liberan cloro como los tricloroisocianuratos;
25 agentes blanqueantes que liberan oxígeno como el perborato sódico
y, habitualmente presentes sólo en pequeñas cantidades, perfumes,
colorantes, fluorescentes, inhibidores de la corrosión, germicidas y
enzimas.

30 El siguiente ejemplo muestra el efecto que ejerce una
alcanolamida sobre la temperatura de autooxidación de compo-

1 siciones detergentes en polvo que contienen un agente tenso-
activo no iónico. Este ejemplo se realiza con un sistema mode-
lo.

EJEMPLO 1

5 La composición del sistema es:

	<u>% en peso</u>
Tergitol-15-S-9 [*] (marca registrada)	16,5
Tripolifosfato sódico	83,5

10 A este sistema se añaden diversas cantidades de eta-
nolamida de coco y se determinan las temperaturas de auto-
oxidación. El método de determinación consiste en dejar pa-
sar 10 cc por minuto de aire a través de un lecho de 1 gra-
mo de polvo caliente, siendo la temperatura de autooxida-
15 ción aquella a la cual se advierte por primera vez un efec-
to exotérmico. Los resultados se encuentran en la Tabla I.

TABLA I

	<u>% en peso de etanolamida de coco</u>	<u>Temperatura de auto- oxidación (°C)</u>
20	0	143
	2	158
	4	168
	6	169

25 EJEMPLO 2

En otra serie de experimentos, se determinan las tem-
peraturas de autooxidación de varias composiciones en polvo
secadas por atomización, que contienen diversas cantidades
de etanolamida de coco y agentes tensoactivos no iónicos.

30 Las composiciones en polvo son de la siguiente fór-

1 mula:

Partes en peso basadas en
el polvo acabado

	Tergitol 15-S-9	11,30
5	Jabón de coco	2,00
	Silicato alcalino	5,00
	Tripolifosfato sódico	35,00
	Carboximetilcelulosa sódica	0,50
	Humedad, etc.	10,25
10	Etanolamida de coco	0,00, 2,00, 5,00

El Tergitol-15-S-9 es un condensado de un alcohol C₁₁₋₁₅ secundario lineal y óxido de etileno, que contiene 9 moles de óxido de etileno por mol de alcohol, suministrado por la Union Carbide Corporation.

15 Las temperaturas de autooxidación se determinaron empleando muestras de 10 g de la composición en polvo totalmente fluidificadas con aire caliente. Los resultados se encuentran en la Tabla II.

TABLA II

20	<u>% en peso de etanolamida de coco</u>	<u>% en peso de Tergitol 15-S-9</u>	<u>Temperatura de autooxidación, °C</u>
	0	17,6	145
	3,0	17,1	170
	7,2	16,4	215

25 Los porcentajes anteriores se expresan como proporción con respecto al polvo secado por atomización.

Los resultados de las Tablas I y II anteriores demuestran claramente el efecto que ejerce la etanolamida de coco en el aumento de la temperatura de autooxidación de los polvos que contienen agentes no iónicos.

30

1

EJEMPLO 3

5

En otra serie de experimentos, se estudió un cierto número de diferentes compuestos amínicos y amínicos sustituidos para determinar el efecto que ejercen sobre la temperatura de autooxidación de un polvo que contiene Tergitol 15-S-9. El polvo contenía 16,5 % en peso de Tergitol 15-S-9 y 4 % en peso del compuesto amínico, siendo el resto tripolifosfato sódico. Los compuestos utilizados y las temperaturas de autooxidación alcanzadas se encuentran en la Tabla III.

10

TABLA III

<u>Compuesto amínico o amínico sustituido</u>	<u>Temperatura de autooxidación, °C</u>
-	143
Etanolamina	157
15 Acetamida	150
Urea	155
Biuret	150
Monoetanolamida de coco/3 OE	162
Monoetanolamida de coco/10 OE	156
20 Dietanolamida caprílica	160
Monoetanolamida cáprica	145
Dietanolamida cáprica	165
Dietanolamida láurica	175
Monoetanolamida de sebo	165

25

EJEMPLO 4

30

El efecto de la monoetanolamida de coco (CEA) y de la dietanolamida láurica (LDEA) sobre la estabilidad de los polvos que contienen Tergitol 15-S-9 frente a la autooxidación también ha sido estudiado en la siguiente serie de experimentos. Polvos de base secados por atomización, conteniendo

1 cantidades variables de Tergitol y alcanolamida, fueron examina-
 dos para determinar su estabilidad térmica utilizando una for-
 ma modificada del ensayo de Bowes puesto a punto por la Joint
 5 Fire Research Organisation en Boreham Wood, Hertfordshire,
 Inglaterra y descrito por P.C. Bowes y A. Cameron en el
 Journal of Applied Chemical Biotechnology, 1971. En nuestros
 ensayos, el polvo se coloca en un cubo de tela metálica de
 10 cm de lado y se suspende en una estufa provista de un ven-
 tilador de circulación y mantenida a una temperatura fija, en
 10 este caso 150°C. Entonces se determina el tiempo que trans-
 curre hasta que comienza a producirse la autooxidación. Los
 resultados se encuentran en las Tablas IV y V.

TABLA IV

Partes de agente ten- soactivo no iónico en el polvo	Partes de CEA en el polvo	Tiempo para la auto-oxidación, (horas)
16,2	-	3,6
16,2	2,25	6,2
16,2	6,0	25,0
16,2	9,0	>88,0
17,1	3,0	7,7
17,1	9,0	>88,0

TABLA V

Partes de agente tensoactivo no iónico en el pol- vo	Partes de CEA en el polvo.	Partes de LDEA en el polvo	Tiempo para la auto-oxidación (horas)
16,2	-	-	3,6
16,2	2,25	1,5	16,9
16,2	-	4,5	38,7
16,2	6,0	-	25,0



1

EJEMPLO 5

A un polvo detergente de la siguiente formulación:

	<u>% en peso</u>
Tergitol 15-S-9	16,2
5 Jabón de coco	3,0
Trifosfato sódico	54,0
Silicato sódico alcalino	7,6
Agua e ingredientes meriores hasta	97,75

se añade 2,25 % de uno de los compuestos amínicos o amínicos
 10 sustituidos indicados en la Tabla VI. El polvo resultante se
 calienta hasta que se produce la autooxidación como se ha
 descrito en el ejemplo 4.

TABLA VI

	<u>Material</u>	<u>Tiempo de autooxidación (Horas)</u>
15	Monoetanolamida láurica	8,5
	Dietanolamida de coco	7-9,5
	Propanolamida de coco	15
	Etanolamida acética	10
	Hexamina	7
20	Gelatina	8,5
	Dietanolamina	5
	Ninguno	3

En resumen, la Patente de Invención que se solici-
cita deberá recaer sobre las siguientes:

25

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para la producción de un pol-
 vo detergente que contiene un agente tensoactivo no iónico,
 mediante las fases de preparación, secado por atomización y
 dosificación de secado de la suspensión, que comprende:

30



1

a) formar una suspensión acuosa que comprende el agente tensoactivo no iónico y un componente reforzante de detergencia inorgánico.

5

b) secar por atonización la suspensión en una torre de secado mediante atomización a contracorriente para formar un polvo detergente secado por atomización.

10

c) agregar el polvo, componentes sensibles al calor, mediante una o más fases de dosificación de secado.

15

caracterizado porque, para reducir los peligros de la autooxidación del polvo durante la fase de secado por atomización, se incorpora a la suspensión un compuesto amino o amino sustituido, siendo la cantidad de compuesto tal que constituya por lo menos un 4% en peso del polvo secado por atomización.

20

2. Un procedimiento según la Reivindicación 1, caracterizado además porque el compuesto amínico o amínico sustituido es incorporado en cantidad suficiente para que constituya por lo menos el 6 % del peso del polvo secado por atomización.

25

3. Un procedimiento según las Reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado además porque el compuesto amínico o amínico sustituido es una alcanolamida.

30

4. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita:
UN PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE UN POLVO DETERGENTE.



25

1
5
10
15
20
25
30

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente Memoria descriptiva, que consta de catorce páginas mecanografiadas.

Madrid, 31 de julio de 1974

BERNARDO UNGRIA
p.p.