



429,519

PATENTE DE INVENCION

Ref: P&G Case 1886 MXA/I.

Int. Cl.:	C 11 D
<i>Memoria Descriptiva</i>	

sobre:

Procedimiento para la obtención de composiciones detergentes cargadas.

Solicitante: THE PROCTER & GAMBLE COMPANY, entidad norteamericana, residente en 301 East Sixth Street, Cincinnati, Ohio 45202, EE.UU. de A.

La invención se refiere a un procedimiento para preparar composiciones detergentes granulares, cargadas, para el lavado de ropas, conteniendo materiales particulares de arcilla de tipo esméctico que proporcionan un efecto simultáneo de lavado



y suavización de los tejidos durante las operaciones convencionales del lavado de ropa.

La invención revelada en la Solicitud de Patente Británica 33482/73 se refiere a composiciones detergentes granulares cargadas para el lavado de ropa que comprenden:

5 (a) de un 2 % a un 30 % en peso de un detergente sintético no jabonoso seleccionado entre: detergentes sintéticos aniónicos, detergentes sintéticos anfóliticos, detergentes sintéticos zwitteriónicos y sus mezclas; (b) de un 10 % a un 60 %

10 de una sal aditiva detergente, orgánica o inorgánica; y (c) de 1 % a un 50 % en peso de un agente suavizador de arcilla de tipo esmético con una capacidad de intercambio de iones de un mínimo de 50 meq/100 g., proporcionando tales composiciones un pH de la solución de 7 a 12 cuando se disuelve en

15 agua a una concentración del 0,12 % en peso.

Se ha enseñado que estas composiciones pueden prepararse simplemente mezclando los ingredientes apropiados en forma seca.

El mezclado en seco de la arcilla fina en gránulos de detergentes secados por pulverización tiende a provocar

20 polvo y a producir un producto pulverulento. Estas desventajas pueden disminuirse empleando los productos de la presente invención, en donde la arcilla se aglutina a gránulos vehículo o se incorpora a ellos. Se ha encontrado ahora que esto

25 puede conseguirse aglomerando los gránulos de arcilla y de vehículo, pero, debido a las peculiares propiedades coloidales de las arcillas tipo esmético, deben tenerse precauciones para que el proceso sea practicable y de manera que se preserve todo el potencial suavizador de la arcilla.

30 Según la invención, se proporciona un proceso para



preparar una composición detergente cargada para lavado de  
ropa según se describe en la solicitud de patente británica  
nº. 33482/73, en donde un lecho móvil de un vehículo parti-  
culado tal como se determinará más adelante, conteniendo tam-  
5 bién optativamente la totalidad o parte de la arcilla de la  
composición, se pulveriza con un agente líquido aglomerante  
o una suspensión en el mismo del resto, si lo hay, de la ar-  
cilla de la composición, para formar unos aglomerados de flu-  
jo libre que comprenden la citada arcilla y el citado vehí-  
10 culo, y posteriormente dichos aglomerados se mezclan en se-  
co con otros componentes particulados, si los hay, de la com-  
posición.

En las composiciones obtenidas por el procedimien-  
to de la invención, preferentemente la relación ponderal en-  
15 tre el agente aglomerante y el peso combinado de la arcilla  
y el vehículo es de un 1 a un 40 por ciento.

Toda la arcilla puede dispersarse en el fluido de  
aglomeración de manera que se proporcione una dispersión pul-  
verizable, y la dispersión se pulveriza en un lecho móvil  
20 del vehículo para formar aglomerados que fluyen libremente.

Los vehículos se definen en la presente como mate-  
riales no pulverulentos y relativamente granulares a los que  
se aglutina la arcilla por unión física, y son o contienen  
sales inorgánicas hidratables, hidratadas de manera incomple-  
25 ta. Los procesos de aglutinación de la arcilla pueden aglu-  
tinar también entre sí partículas finas del vehículo de mane-  
ra que se reduzca aún más la formación de polvo original del  
vehículo. Los vehículos que pueden utilizarse según la in-  
vención son tripolifosfatos, pirofosfatos ácidos y neutros,  
30 carbonatos, sulfatos, boratos, silicatos de sodio o potasio,



5 normalmente de sodio, y los gránulos detergentes sintéticos cargados secados por pulverización. Entre los vehículos especialmente útiles se encuentran: el tripolifosfato sódico hidratado incompletamente, tetrapirofosfatos sódicos, y los gránulos detergentes sintéticos cargados, secados por pulverización. Ni que decir tiene que los gránulos secados por pulverización deben contener una sal inorgánica hidratable, y haber sido secados en medida tal que la sal se encuentre hidratada incompletamente.

10 La arcilla puede pulverizarse primero con ácido graso tal como se describe en nuestra solicitud nº. 53625/72 cuando debe mezclarse en seco con el vehículo.

15 Los agentes aglomerantes apropiados son líquidos a temperaturas por debajo de unos 60°C. Cuando toda la arcilla debe mezclarse en seco con el vehículo antes de ser pulverizada, los agentes adecuados incluyen ácidos grasos con 10 a 24 átomos de carbono; soluciones acuosas de electrolitos diluidas, es decir, saturadas a no más del 75 %; agua, soluciones de adhesivos orgánicos.

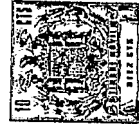
20 Los ácidos grasos más convenientes son los que tienen 12-14 átomos de carbono, por ejemplo, los ácidos grasos de coco pero si, por ejemplo, se desea aprovechar las propiedades de control de la espuma de los ácidos grasos de cadena larga, pueden utilizarse con un equipo apropiado de fusión y pulverización.

25 Los agentes aglomerantes preferidos son el agua y las soluciones electrolíticas diluidas.

30 En esta realización de la invención, generalmente la relación ponderal entre la arcilla y el vehículo llega hasta 1:1 aproximadamente.



5 Cuando la totalidad o parte de la arcilla debe dispersarse en el agente aglomerante y pulverizarse la dispersión sobre un vehículo, pueden utilizarse los mismos agentes aglomerantes, pero por lo general se prefieren soluciones electro-  
líticas. El agua solo es aplicable cuando son apropiadas dis-  
persiones diluidas de arcilla, o cuando se emplean ciertas ar-  
cillas, que no forman dispersiones demasiado viscosas o gela-  
tinosas. Las arcillas que proporcionan dispersiones espesas  
o gelatinosas en agua, sin embargo, pueden prepararse en dis-  
persiones o soluciones electrolíticas más concentradas, pero  
10 todavía pulverizables, y en ácidos grasos, tal como se describe anteriormente. Entre los electrolitos adecuados se incluyen: fosfatos hidrosolubles, tripolifosfatos y pirofosfa-  
tos, carbonatos, sulfatos, cloruros, boratos y silicatos,  
15 ácidos y neutros, así como sus mezclas. Las soluciones deben estar saturadas en menos del 75 %, y por lo general están bastante diluidas. Así pues, una solución muy efectiva contiene de 1 a un 3 % de pirofosfato disódico o de una mezcla 2:1 en peso de pirofosfato disódico y cloruro sódico, especialmen-  
te alrededor del 5 % y 2 1/2 % de estas sales, respectivamen-  
te. Pueden emplearse soluciones de silicato sódico, con una  
relación  $\text{SiO}_2:\text{Na}_2\text{O}$  de 1:1 a 3,6:1 aproximadamente, y con una  
concentración de sólidos de hasta el 50 % aproximadamente,  
por ejemplo las que se venden comúnmente. Como guía general,  
25 puede decirse que las dispersiones de arcillas en estos líquidos pueden contener a menudo hasta un 60 %, preferentemente de un 20 a un 50 % en peso de la dispersión de arcilla, especialmente alrededor del 33 %. El vehículo utilizado puede ser, por ejemplo, tripolifosfato sódico y pulverizarse con al-  
rededor del 50 % en peso de una dispersión conteniendo un 33%



5 en peso de arcilla en una solución acuosa conteniendo un 5 %  
de pirofosfato disódico y un 2 1/2 % de cloruro sódico. En la  
práctica, sin embargo, la cantidad de dispersión que debe pul-  
verizarse y la cantidad de arcilla de la misma, se hallan me-  
10 jor por cálculo y prueba en cada caso. Entre los factores  
que deben tenerse en cuenta se incluyen: la cantidad de arcilla  
y de vehículo que hay que incorporar al producto, la cantidad  
de arcilla que puede dispersarse en el agente aglomerante  
seleccionado sin dejar de proporcionar una dispersión pul-  
verizable, la cantidad de la dispersión que debe o puede pul-  
verizarse en el vehículo seleccionado para proporcionar la ad-  
hesión de la arcilla sin dejar de formar aglomerados fluidos.

15 La arcilla puede mezclarse con otros componentes  
finos o potencialmente pulverulentos de la composición tales  
como enzimas, abrillantadores ópticos, sustancias blanqueado-  
ras o colorantes, por ejemplo dióxido de titanio o pigmentos  
cuando se añade por cualquiera de los procedimientos, sujeto,  
desde luego, a la sensibilidad térmica de los materiales. Los  
aglomerados pueden mezclarse en seco con otros componentes,  
20 si los hay, del producto final. Así, según la naturaleza del  
vehículo, pueden ser gránulos secados por pulverización, car-  
gas, agentes blanqueadores, u otros componentes termosensi-  
bles.

Los ejemplos siguientes ilustran la invención:

25 Ejemplo 1.

Se prepararon productos, probándose su formación de  
polvo y el efecto suavizador.

Mediciones del polvo.

30 Las mediciones del polvo se efectuaron por el proce-  
dimiento y con el equipo que se describen en nuestra solici-



tud de patente británica igualmente pendiente 53474/71. En las pruebas se utilizaron muestras de 1000 gramos de cada producto.

Mediciones de la suavidad.

5 Unas muestras de tejido de toalla de rizo (6 por prueba) se lavaron en soluciones del 0,4 % en peso de los productos de prueba en un Tergitómetro. Las soluciones se prepararon en agua corriente (172 ppm de dureza como  $\text{CaCO}_3$ ), y las condiciones del lavado incluían dos lavados de dos minutos de duración a  $50^\circ\text{C}$ , con una relación entre la tela y el líquido de 1:10, seguido por enjuague y secado en aire quieto. Las muestras lavadas y secas fueron comparadas por un grupo de 4 jueces con una técnica de comparación apareada que utiliza una escala de Scheffe de 9 puntos. Las diferencias se registraron en unidades de puntuación del grupo (psu), prefiriéndose las positivas, y se calcularon y registraron también la diferencia menos significativa (LSD) con un nivel de aceptación del 95 %.

Producto 1.

20 Una composición detergente secada por pulverización con la siguiente fórmula en líneas generales

Sulfonato de dodecil(lineal)benceno sódico	28 % en peso
Tripolifosfato sódico	22 %
Cloruro sódico	6 %
25 Sulfato sódico	38 %
Carboximetilcelulosa	0,5 %
Humedad	4 %
Varios	1,5 %

Producto 2.

30 Se mezclaron 5 partes en peso de arcilla "Soft



Clark" con 100 partes del Producto 1.

Producto 3.

Igual que el Producto 2, excepto que en lugar de "Soft Clark" se empleó "Thixogel". ("Soft Clark" y "Thixogel" son nombres comerciales de arcillas tipo esmético vendidas por Georgia Kaolin, Elizabeth, New Jersey, U.S.A.).

Producto 4.

310 g de Gran M STPP (tripolifosfato sódico) se mezclaron en seco con 540 g del Producto 1. ("Gran M" STPP (nombre comercial) es una forma granular del tripolifosfato sódico que tiene un tamaño de partícula tal que al menos un 80 % aproximadamente queda retenido en un tamiz de prueba según las normas británicas de malla 100).

Producto 5.

5 partes en peso de arcilla "Soft Clark" se mezclaron en seco con 100 partes del Producto 4.

Producto 6.

Se preparó una dispersión conteniendo 75 g de "Soft Clark" dispersados en 161 g de una solución conteniendo un 5 % en peso de pirofosfato disódico y 2 1/2 % en peso de cloruro sódico. La dispersión se pulverizó sobre 484 g de Gran M STPP en un granulador de artesa. La mezcla granulada así formada se mezcló en seco con 885 g del Producto 1.

Producto 7.

161 g de la dispersión de arcilla empleada para obtener el producto 6 se pulverizaron sobre 885 g del Producto 1 en un granulador de artesa y la mezcla granulada así formada, se mezcló en seco con 484 g de STPP Gran M.

Producto 8.

75 g de arcilla Thixogel se mezclaron en seco con



484 g de STPP Gran M y se pulverizaron en un granulador de ar-  
tesa con 161 g de la solución electrolítica empleada para ob-  
tener la dispersión de arcilla del producto 6. La mezcla gra-  
nular así formada se mezcló con 885 g del Producto 1.

5 Producto 9.

75 g de arcilla "Thixogel" se mezclaron en seco  
con 855 g del Producto 1 y se pulverizaron en un granulador  
de artesa con 161 g de la solución electrolítica empleada pa-  
ra obtener el producto 8. La mezcla granular así formada se  
mezcló en seco con 484 g de STPP Gran M.

10

Producto 10.

Se preparó de la misma manera que el producto 8,  
excepto que se omitió la arcilla.

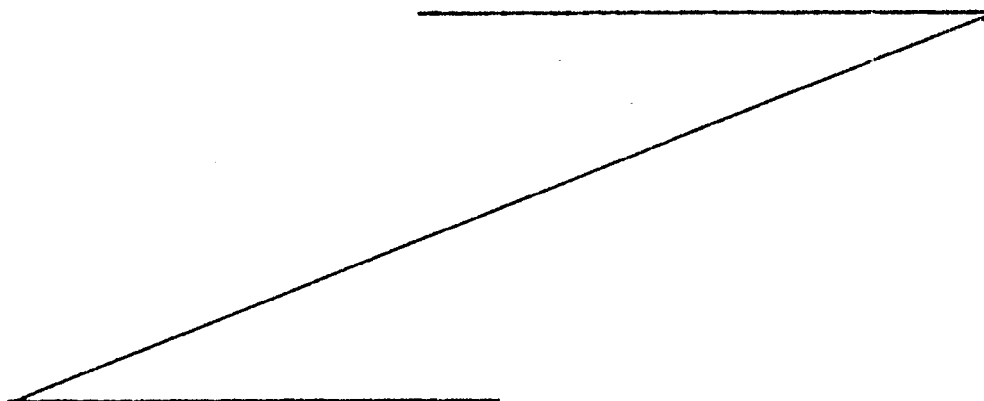
Producto 11.

855 g del producto 1 y 484 g de STPP Gran M se mez-  
claron en seco y se pulverizaron en un granulador de artesa  
con 161 g de la solución electrolítica ampliada para obtener  
el producto 8. 75 g de arcilla "Soft Clark" se mezclaron con  
la mezcla así formada.

15

20 Producto 12.

Se preparó de la misma forma que el Producto 11,  
excepto que se omitió la arcilla.





T A B L A 1

Producto	1	2	3	4	5	6	7
----------	---	---	---	---	---	---	---

Puntuación en cuanto a la formación de polv

Prueba a	3870	11900					
b				3440	9270		
c						1006	257

Puntuación en cuanto a suavidad (psu)

d						+ 0,7	
e							+ 1,1
f							
g							
h	- 0,9			+ 0,9			
j	- 1,1	+ 1,1					



Los productos 6 a 9 son los de la invención, y los otros se incluyen para comparación.


5 Las pruebas a y b demuestran el aumento de la formación de polvo provocado por mezclar en seco simplemente la arcilla con las composiciones correspondientes a las utilizadas para preparar los compuestos de la invención.

10 La prueba c demuestra unos valores muy bajos de formación de polvo para las composiciones según la invención, y muestra que son inferiores que los valores de la misma base pulverizada con solución electrolítica pero con arcilla mezclada en seco.

15 Las pruebas d, e, f y g en comparación con las pruebas h y j demuestran que los procedimientos de la invención no alteran significativamente el efecto suavizador de la adición de arcilla.

- N O T A -

20 Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una Solicitud de Patente, presentada en Inglaterra, con fecha 24 de agosto de 1.973, bajo el número 73-40205, acogiéndose por lo tanto a los beneficios  
25 que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE COMPOSICIONES DETERGENTES CARGADAS; caracterizándose por lo siguiente:





5  
10  
15  
20  
25  
30

1ª.- Procedimiento para la obtención de composiciones detergentes cargadas, para lavadoras, que comprenden (A) de un 2 a un 30 % en peso de un detergente sintético no jabonoso seleccionado entre los detergentes sintéticos aniónicos, detergentes sintéticos anfóliticos, detergentes sintéticos zwitteriónicos y sus mezclas; (B) de un 10 a un 60 % en peso de una sal aditiva detergente orgánica o inorgánica; y (C) de un 1 a un 50 % en peso de un agente suavizante del tipo de la arcilla esméctica con una capacidad de intercambio de iones de al menos 50 miliequivalentes/100 g, proporcionando la composición un pH en solución de 7 a 12 cuando se disuelve en agua a una concentración del 0,12 % en peso; caracterizado porque un lecho móvil de un vehículo particulado, conteniendo también optativamente parte o la totalidad de la arcilla para la composición, se pulveriza con un agente aglomerante líquido o una suspensión en el mismo del resto de la arcilla de la composición, si la hay, para formar unos aglomerados de flujo libre que comprenden dicha arcilla y dicho vehículo, y posteriormente dichos aglomerados se mezclan en seco con otros componentes particulados, si los hay, de la composición.

2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la proporción ponderal entre el agente aglomerante y el peso combinado de la arcilla y el vehículo es de un 1 a un 40 por ciento.

3ª.- Procedimiento según la reivindicación 1 ó 2, caracterizado porque la totalidad de la arcilla se dispersa en el agente aglomerante, de manera que se proporcione una dispersión pulverizable y la dispersión se pulveriza en una copa móvil del vehículo para formar aglomerados fluidos.

4ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3,



caracterizado porque el vehículo se selecciona entre tripoli-  
fosfato sódico hidratado de manera incompleta, pirofosfatos  
tetrasódicos y disódicos y gránulos detergentes sintéticos  
cargados, secados por pulverización.

5                   5ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a  
4, caracterizado porque el agente aglomerante se selecciona  
entre soluciones electrolíticas acuosas, saturadas en no más  
del 75 %, y ácidos grasos con 10-24 átomos de carbono y la  
dispersión de la arcilla en el mismo contiene de un 20 a un  
10               50 % en peso de la arcilla de la dispersión.

                  6ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a  
5, caracterizado porque el agente aglomerante es una solución  
acuosa que contiene de un 3 a un 10 % en peso de pirofosfato  
disódico o de una mezcla 2:1 en peso de pirofosfato disódico  
15               y cloruro sódico.

                  7ª.- Procedimiento según la reivindicación 6, carac-  
terizado porque el vehículo es tripolifosfato sódico y se  
pulveriza con aproximadamente un 50 % en peso de una disper-  
sión que contiene un 33 % en peso de arcilla en una solución  
20               acuosa que contiene un 5 % de pirofosfato disódico y 2 1/2 %  
de cloruro sódico.

                  8ª.- Procedimiento según la reivindicación 7, carac-  
terizado porque la arcilla y un vehículo seleccionado entre  
tripolifosfato sódico hidratado de manera incompleta, pirofos-  
25               fato disódico o tetrasódico, y los gránulos detergentes sinté-  
ticos cargados secados por pulverización se mezclan en seco  
y un lecho móvil de la mezcla se pulveriza con un agente aglo-  
merante para formar aglomerados de libre fluidez.

                  9ª.- Procedimiento según la reivindicación 8, carac-  
30               terizado porque la arcilla ha sido primero pulverizada con



ácido graso.

10<sup>a</sup>.- Procedimiento según las reivindicaciones 8 ó 9, caracterizado porque la relación ponderal entre la arcilla y el vehículo llega hasta 1,1.

5  
11<sup>a</sup>.- Procedimiento según las reivindicaciones 8 a 10, caracterizado porque el fluido aglomerante se selecciona entre agua, soluciones electrolíticas diluidas, ácidos grasos con 10-24 átomos de carbono y soluciones acuosas de adhesivos orgánicos.

10  
12<sup>a</sup>.- Procedimiento para la obtención de composiciones detergentes cargadas, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 14 hojas, escritas a máquina por una sola cara.

15

Madrid 26 MAYO 1975

THE PROCTER & GAMBLE COMPANY

I. GÓMEZ ACEBO Y MODET  
p. p. Firmado: L. Gueta Fernández