



ESPAÑA

10	ES	11	NUMERO	435.780	10	AI
		21				
		22	FECHA DE PRESENTACION	18-3-75		

PATENTE DE INVENCION

30	PRIORIDADES:	32	FECHA	33	PAIS
	31	NUMERO	18-3-74		Japón
		30791/74			

21-3-74

47	FECHA DE PUBLICIDAD	51	CLASIFICACION INTERNACIONAL	62	PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
			C01D/006L, D21C		

64	TITULO DE LA INVENCION
	UN METODO PARA LA PREPARACION DE UNA COMPOSICION DE BLANQUEADO

71	SOLICITANTE (ES)
	KAO SOAP CO., LTD

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
1, 1-chome, Nihonbashi-Kayabacho, Chuo-ku, TOKYO, Japón

72	INVENTOR (ES)
	Yunosuke Nakagawa; Masaaki Nishimura; Koitsu Sato, todos de nacionalidad japonesa, los cuales han cedidos sus derechos a la entidad solicitante.

73	TITULAR (ES)

74	REPRESENTANTE
	D. BERNARDO UNGRIA GOIBURU

1 EXTRACTO DE LA INVENCION

Se describe una composición blanqueadora caracte-
rizada por contener (a) percarbonato de sodio que ha sido
calentado a una temperatura de 75 a 135°C durante un tiem-
5 po que varía entre 5 y 30 minutos a 135°C y 2 a 6 horas a
75°C y (b) un agente activador del percarbonato sódico.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

CAMPO DE LA INVENCION

10 Esta invención se refiere a una composición de
un agente de blanqueo de percarbonato sódico que puede for-
mar espuma y que da espuma abundante en agua teniendo al
mismo tiempo una excelente velocidad de disolución y una
larga vida de almacenamiento.

15 Como agentes de blanqueo de ropas se conocen los
de tipo oxigenado y los de tipo clorado. En el Japón se ha
extendido el uso de agentes de blanqueo de tipo clorado que
exhiben un excelente efecto blanqueador a baja temperatura.
Los agentes de blanqueo de tipo clorado son eficaces con fi-
20 bras celulósicas pero no pueden utilizarse para fibras sin-
téticas, porque originan deterioros de manchas amarillas a
las fibras sintéticas y decoloran las ropas de color confec-
cionadas con fibras sintéticas.

25 Por otra parte, los agentes blanqueadores de ti-
po oxigenado tienen las ventajas de poder utilizarse para
el tratamiento de la mayoría de las fibras sintéticas así
como de las fibras celulósicas, y de poder utilizarse con
seguridad para ropas de color por su acción blanqueadora
suave.

30 Sin embargo, los agentes de blanqueo tipo oxige-
nado, de los cuales el percarbonato sódico es un ejemplo tí-

1 pico, tienen solo una escasa velocidad de disolución a baja
temperatura con lo que no puede obtenerse una potencia blan-
queadora suficiente a tal temperatura. Además, debido a su
escasa velocidad de disolución las partículas del agente de
5 blanqueo del tipo oxigenado que permanecen sin disolver se
adhieren a las fibras para formar zonas de blanqueo de ele-
vada concentración con lo que se dañan las fibras y se ori-
gina una decoloración parcial. Por esto, los agentes de
blanqueo de tipo oxigenado, que son eficaces en el lavado
10 de ropas a temperatura elevada por encima de 60°C, no se
han utilizado hasta ahora en Japón en aquellos casos en que
el lavado se efectuaba a baja temperatura, de aproximadamen-
te 20°C. En vista de estas circunstancias se ha intentado
mejorar la velocidad de solución de agentes de blanqueo ti-
15 po oxigenado.

En los agentes de blanqueo que contienen percar-
bonato sódico como ingrediente activo se incorpora el llama-
do "agente de activación" para aumentar el poder blanquea-
dor del percarbonato sódico, debido a su débil poder blan-
20 queador a baja temperatura. Sin embargo, si se incorpora
un agente de activación al percarbonato de sodio, se perju-
dica seriamente la estabilidad del percarbonato de sodio.
Particularmente, si el agente de blanqueo se almacena duran-
te un largo periodo de tiempo como ocurre en el uso domés-
25 tico, tiene lugar la descomposición del percarbonato de so-
dio reduciéndose la cantidad de oxígeno disponible con lo
que la composición se puede hacer inadecuada para su uso
práctico. Además tiene lugar un problema de apelmazado y la
descomposición del percarbonato de sodio origina un aumento
30 en el volumen del producto y el recipiente se dilata o se

1 rompe.

RESUMEN DE LA INVENCION

5 La invención elimina las desventajas de los agentes de blanqueo oxigenados señaladas antes y proporciona un medio con el que se mejora notablemente la velocidad de disolución del percarbonato de sodio y se hace capaz de dar espuma. Los solicitantes han descubierto que por calefacción del percarbonato de sodio a una temperatura de 75 a 135°C durante un periodo de tiempo predeterminado, como se indicará después, la velocidad de disolución y la propiedad de formar espuma del percarbonato de sodio en soluciones acuosas aumenta enorme e inesperadamente.

15 Esta invención proporciona una composición de blanqueo capaz de dar espuma que tiene una larga vida de almacenamiento y una elevada velocidad de disolución a baja temperatura. La composición de blanqueo contiene percarbonato de sodio que ha sido calentado a una temperatura de 75° a 135°C durante un periodo de tiempo que varía entre 5 a 30 minutos a 135°C y 2 a 6 horas a 75°C. La composición también lleva incorporado un agente de activación para el percarbonato de sodio en una cantidad de 5 a 200 por ciento en peso, preferiblemente 10 a 100 por ciento en peso sobre el peso del percarbonato de sodio.

20 Si se emplea una temperatura de calefacción por debajo de 75°C, la velocidad de disolución del percarbonato sódico no mejora. También es desventajosa una temperatura de calefacción por encima de 135°C porque se reduce el poder blanqueador del percarbonato de sodio y desaparece sustancialmente la deseada capacidad de formación de espuma.

30

1 La prolongación del tiempo de calefacción necesario para impartir la propiedad de formar espuma al percarbonato sódico varía según la temperatura de calefacción. Generalmente, a más baja temperatura, más largo es el tiempo de calefacción requerido, o en otras palabras, a más elevada temperatura, más corto es el tiempo de calefacción. A 75°C, se requiere un tiempo de calefacción de 2 a 6 horas. A 135°C, se requiere un tiempo de calefacción de 5 a 30 minutos. Bajo estas condiciones la reducción en el contenido de oxígeno disponible del percarbonato de sodio causada por la calefacción es de 5 a 30 por ciento en peso. Cuando el tiempo de calefacción es más corto que el intervalo establecido antes, el percarbonato de sodio resultante no es capaz de formar espuma. Por otro lado, cuando el tiempo de calefacción es más prolongado que en el intervalo establecido antes, se pierde la propiedad de formación de espuma y, por tanto se reduce con ello el poder blanqueador. Esto se considera debido a la conversión de una proporción sustancial o total de percarbonato sódico a carbonato sódico.

20 Cuando se emplean temperaturas de calefacción entre los límites de 75°C y 135°C, el tiempo de calefacción se determina por interpolación. Para un agente de blanqueo doméstico de uso general, se prefiere un percarbonato de sodio que haya sido calentado entre 100 y 110°C durante 1,5 horas.

25 El percarbonato de sodio de esta invención que se trata con calor es la misma sustancia que el que no ha sido calentado. La diferencia entre los dos, sin embargo, está en que, con el tratamiento térmico, el percarbonato sódico ha mantenido moléculas de oxígeno en su red crist-

30

1 lina. Y el percarbonato sódico libera las moléculas de oxí-
geno para dar espuma cuando se añade al agua.

5 Al analizar el percarbonato sódico calentado
por espectrometría Raman, se ha visto que el percarbonato
sódico calentado tiene una absorción característica a un nú-
mero de ondas de 1550 cm^{-1} correspondiente a la molécula de
oxígeno, mientras que el percarbonato de sodio que no ha si-
do calentado no presenta la misma absorción.

10 En general, si el percarbonato de sodio no trata-
do con calor se almacena en forma de mezcla del mismo con
un agente de activación, se reduce enormemente la vida de
almacenado de la composición, se descompone el percarbonato
de sodio y el almacenado del mismo durante un largo periodo
de tiempo, es difícil. En el percarbonato de sodio que ha
15 sido sometido a tratamiento térmico, según la invención co-
mo se ha descrito antes, ya ha tenido lugar una descomposi-
ción parcial y, por tanto, cabría esperar que la descomposi-
ción continuase al añadir un agente de activación. Sin em-
bargo, sorprendentemente, mejora la estabilidad del percar-
bonato de sodio tratado con calor de acuerdo con la presen-
te invención y se puede obtener una composición de blanqueo
que tiene una potente acción blanqueadora y larga vida de
almacenado por adición de un agente de activación a la mis-
ma.

25 Además, cuando se utiliza el percarbonato sódico
que se ha calentado según esta invención, no tiene lugar el
apelmazamiento del polvo y se presenta una excelente fluen-
cia del polvo.

30 Los agentes de activación preferidos para el per-
carbonato de sodio utilizados en la presente invención son

1 esteres de alcoholes polihidroxílicos tales como pentaaceta
to de glucosa y hexaacetato de sorbita, acetoxibencenosul-
fonato sódico y compuestos N-acilados tales como tetraace-
5 til-glicolurilo y tetraacetiletildiamina. Además, tam-
bien pueden utilizarse anhídridos de ácidos orgánicos ta-
les como anhídrido succínico y anhídrido ftálico. El efec-
to de estos agentes de activación al mejorar la estabilidad
del peróxido no se presenta con otros peróxidos tales como
perborato de sodio sino que es más bien únicamente para el
10 percarbonato de sodio tratado con calor, preparado según la
presente invención.

La composición blanqueadora de la presente inven-
ción puede mezclarse, si se necesita o se desea, con aditi-
vos tales como sales inorgánicas hidrosolubles tales como
15 sulfato de sodio, carbonato de sodio y silicato de sodio.
Además, la composición se puede transformar en una composi-
ción detergente blanqueante por adición a la misma, sola o
con las sales mencionadas, un surfactante aniónico, surfac-
tante no iónico o surfactante anfótero del tipo de los uti-
20 lizados convencionalmente para lavado doméstico de ropas.

Se puede obtener un efecto semejante de mejora
por la adición del agente de activación y otros aditivos
opcionales al percarbonato sódico y someter entonces la com-
posición resultante al mencionado tratamiento térmico a 75º
25 a 135ºC.

La proporción del percarbonato tratado termica-
mente más el agente activante puede estar en el intervalo
de 10 a 100 por ciento en peso, sobre el peso total de la
composición que contiene los aditivos.

30 La solución blanqueadora acuosa útil para uso de

1 lavado doméstico para blanqueo de ropa se prepara por diso-
lución de la composición de blanqueo en agua en una canti-
dad tal que la concentración del percarbonato de sodio tra-
5 tado con el calor sea de 0,02 a 4 por ciento en peso, so-
bre la solución acuosa de blanqueo. La solución debe prepa-
rarse inmediatamente antes de su utilización.

El percarbonato de sodio tratado por el calor,
según la invención, se altera por el tratamiento térmico
de manera que adquiere una velocidad de disolución y capa-
10 cidad de formación de espuma mejoradas en comparación con
el percarbonato de sodio no tratado por el calor. No ha si-
do posible hasta ahora averiguar los cambios físicos y/o
químicos que tienen lugar durante el tratamiento térmico
porque la labilidad de este compuesto complica la identifi-
15 cación de las diversas fases del sistema $\text{Na}_2\text{CO}_3\text{-H}_2\text{O}_2\text{-H}_2\text{O}$.

La presente invención se describe a continuación
con referencia a los siguientes ejemplos ilustrativos.

Ejemplo 1

20 Se examinan los efectos de diversos tratamien-
tos térmicos de percarbonato sódico ($2\text{Na}_2\text{CO}_3\cdot 3\text{H}_2\text{O}_2$) sobre
la velocidad de disolución.

Se prepara una mezcla pulverulenta (10 a 100 ma-
llas) que comprende 40 partes en peso de percarbonato sódico
25 calentado a diversas temperaturas durante diversos pe-
riodos y 10 partes en peso de pentaacetato de glucosa. Se
echan 300 ml de agua del grifo en un vaso de 500 ml y des-
pues se añaden muestras de 3 g de las respectivas composi-
ciones con agitación lenta a la temperatura ambiente. Se de-
termina el tiempo requerido hasta desaparición de las par-
30 tículas y se observa el estado de la espuma. Los resulta-

1 dos se dan en la Tabla 1.

Tabla 1

Tratamiento del percarbonato sódico		Tiempo de disolución (seg)	Capacidad de formación de espuma
Temperatura de calefacción (°C)	Tiempo de calefacción (hr)		
65°	1,5	240	Sin espuma (control)
80	1,5	70	Con espuma (control)
105	1,5	15	Con mucha espuma (invención)
130	1,5	200	Sustancialmente sin espuma (control)
150	1,5	240	Sin espuma (control)
80	4	20	Formación de mucha espuma (invención)
80	0,5	120	Ligera formación de espuma (control)
130	0,17	15	Fuerte formación de espuma (invención)
No tratado	-	240	Sin espuma (control)

25

Ejemplo 2

Percarbonato de sodio	45 partes en peso
Pentaacetato de glucosa	10
Tripolifosfato de sodio	30
Sulfato de sodio	15

30

1

Se preparan agentes de blanqueo de la composición anterior por empleo de diversos percarbonatos de sodio que no han sido tratados con calor o que han sido tratados con calor bajo diversas condiciones de calefacción, y se examinan las vidas de los mismos en el almacenado. El tratamiento térmico se lleva a cabo colocando 50 g de percarbonato de sodio en un vaso de vidrio de litro en un baño de temperatura constante por electricidad a 125°C durante 15, 25 o 30 minutos.

5

10

Los agentes de blanqueo se almacenan en una vasija cerrada a 40°C durante 30 días. Se miden las cantidades de oxígeno disponibles antes del almacenamiento y después de pasados 30 días. La vida en almacenamiento puede determinarse a partir del oxígeno remanente disponible, mostrándose los resultados a continuación en la Tabla II.

15

Tabla II

20

25

Percarbonato de sodio (oxígeno disponible antes del almacenamiento)	Cantidad de oxígeno remanente disponible (% del original, después de 30 días de almacenamiento)
No tratado (oxígeno disponible: 14,3%)	82,4 %
Calentado durante 15 minutos (oxígeno disponible: 13,7%)	93,8 %
Calentado durante 25 minutos (oxígeno disponible: 12,5%)	95,0 %
Calentado durante 30 minutos (oxígeno disponible: 95,1%)	95,1 %

30

Estos datos demuestran que se obtiene una vida de almacenamiento más larga por el empleo de percarbonato sódico tratado por el calor.

1 Ejemplo 3

5 Se prepara un agente de blanqueo en polvo que
comprende 90 partes en peso de percarbonatos de sodio que
no han sido tratados o que han sido tratados por calor bajo
las mismas condiciones que las descritas en el Ejemplo 2, y
10 10 partes en peso de tetraacetilglicolurilo como agente ac-
tivante. Se mantiene el agente de blanqueo en una vasija ce-
rrada a 40°C durante 10 días y se examinan el estado del
polvo despues del almacenamiento y su estabilidad en el al-
macenamiento pra obtener los siguientes resultados que se
dan en la Tabla III.

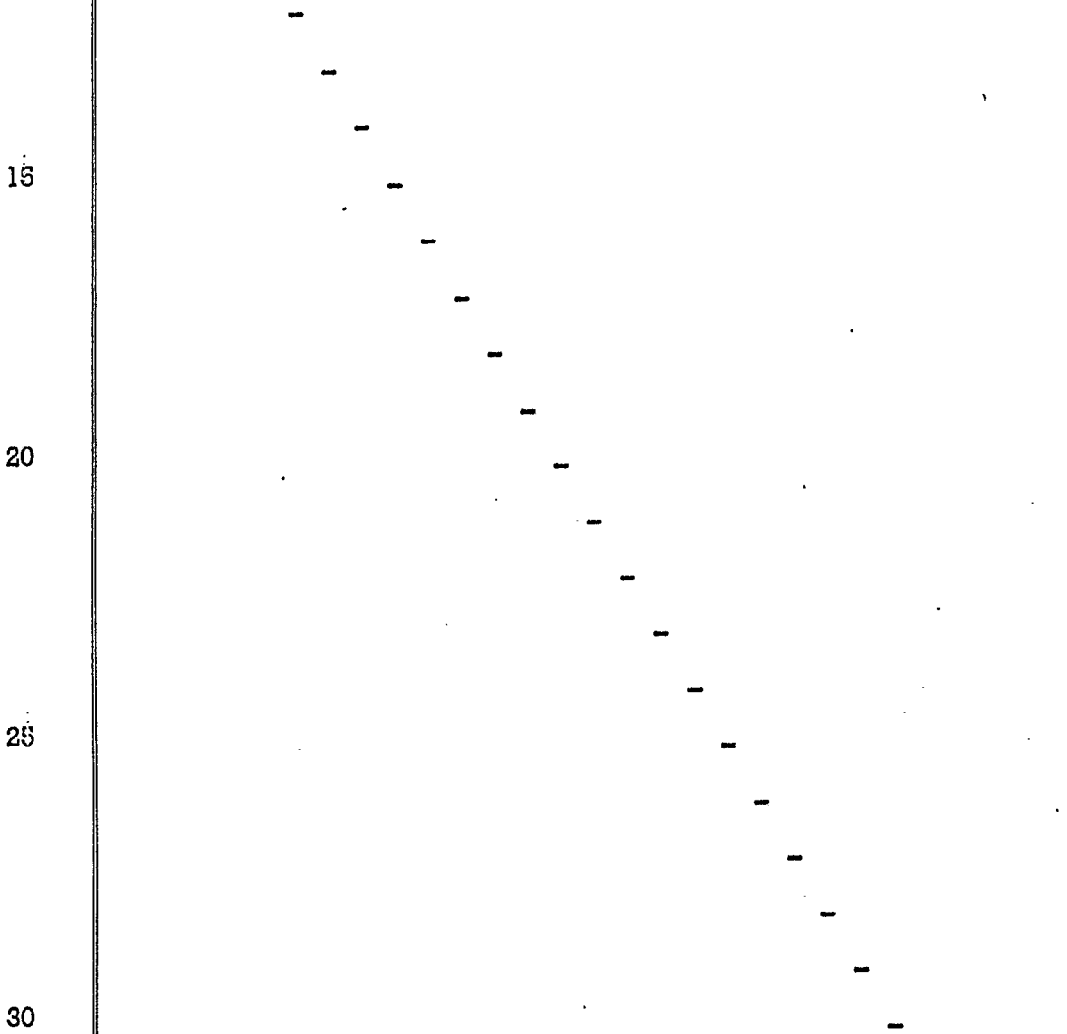


Tabla III

Percarbonato de sodio (oxígeno disponible antes del almacenamiento)	Estado del polvo	Cantidad de oxígeno remanente disponible (% del original)
No tratado (oxígeno disponible: 14,3%)	Se origina apelmazamiento	95,2 %
Calentado durante 15 minutos (oxígeno disponible: 13,5%)	Fluencia excelente	99,2 %
Calentado durante 25 minutos (oxígeno disponible: 12,6%)	Fluencia excelente	100,0 %
Calentado durante 30 minutos (oxígeno disponible: 12,0%)	Fluencia excelente	98,5 %

1

5

10

15

20

25

30

Tabla III

Antes	Estado del polvo	Cantidad de oxígeno remanente disponible (% del original)
dis-)	Se origina apelmazamiento	95,2 %
5 mi dis)	Fluencia excelente	99,2 %
5 mi dis)	Fluencia excelente	100,0 %
0 mi dis)	Fluencia excelente	98,5 %

1 Ejemplo 4

	Percarbonato de sodio	30	%
	Hexaacetato de sorbita	10	
	Tripolifosfato de sodio	25	
5	Sulfato de sodio	25	
	Polímero de bloque óxietileno/oxipropileno (peso molecular medip: aproximadamente 8.000)	10	

10 Se prepara un agente de blanqueo en polvo de la anterior composición y se guarda en una botella de polietileno cerrada a la temperatura ambiente. Cuando se emplea percarbonato de sodio que ha sido tratado termicamente a 105°C durante 1,5 horas, el agente de blanqueo tiene una excelente fluencia, el recipiente no se expande, y queda un 92 por ciento del oxígeno disponible después de 6 meses de almacenamiento. Cuando se emplea percarbonato de sodio no tratado por el calor, la vasija se expande después de pasados tres meses, la fluencia del polvo es mala aún en el caso de que se incline de arriba abajo el recipiente y el oxígeno disponible medido después de seis meses es de 28 por ciento.

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

REIVINDICACIONES

25 1.- Un método para la preparación de una composición de blanqueado que posee una vida de almacenamiento mejorada que supone la calefacción de una sustancia que comprende percarbonato sódico a una temperatura en el intervalo de 75°C a 135°C durante un tiempo de calefacción que varía de (1) 2 a 6 horas a 75°C a (2) 5 a 30 minutos a 135°C y

30

1 agregando a la misma un agente de activación para el mencio-
nado percarbonato de sodio.

5 2.- Un método, según la reivindicación 1, en el
que el tiempo de calefacción dentro de los intervalos de
temperatura se determina por interpolación.

10 3.- Un método según la reivindicación 1, en el
que se mezclan también el percarbonato de sodio y el agente
de activación con un aditivo, que es un miembro de grupo
que consiste en sulfato sódico, carbonato sódico, silicato
sódico, un surfactante aniónico, un surfactante no iónico,
un surfactante anfótero y mezclas de los mismos.

15 4.- Un método, según la reivindicación 1, en el
cual el percarbonato de sodio se calienta en el intervalo
de 100° a 110°C durante 1,5 horas.

5.- Un método, según la reivindicación 3, en que
el aditivo se añade al percarbonato de sodio antes de la
etapa de tratamiento por el calor.

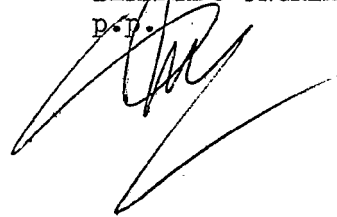
20 6.- Se reivindica por último como objeto sobre
el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita:
UN METODO PARA LA PREPARACION DE UNA COMPOSICION DE BLANQUE-
ADO.

25

30

1 Todo conforme queda descrito y reivindicado en
la presente memoria descriptiva que consta de quince pági-
nas mecanografiadas.

5 Madrid, 18 marzo 1.975
BERNARDO UNGRIA
P.P.



10

15

20

25

30