

3

A

PATENTE DE INVENCION
ES 4935.

C.M.D.

Memoria Descriptiva 439115

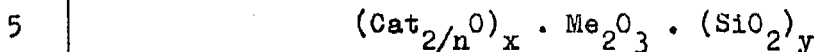
sobre:

PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE AGENTES DE LAVADO
O DE LIMPIEZA POBRES EN FOSFATO O BIEN LIBRES DE
FOSFATO.

Solicitante: HENKEL & CIE GMBH, entidad alemana, residente
en Henkelstrasse 67, 4000. Düsseldorf-Holthausen,
República Federal Alemana.

5 Uno de los problemas más actuales en la industria
de los agentes de lavado y de limpieza, es la sustitución par-
cial o total de los fosfatos, que ligan complejamente al cal-
cio, hasta ahora aún utilizados, por otras sustancias con
propiedades comparables. En solicitudes de patente más anti-

guas, aún sin publicar, se describen agentes de lavado y de limpieza que contienen compuestos hidrosolubles, capacitados para ligar el calcio, finamente distribuidos, preferentemente conteniendo agua ligada, de fórmula general



donde Cat significa un catión intercambiable por calcio con la valencia n, x es un número de 0,7-1,5, Me significa boro o aluminio e y significa un número de 0,8-6, preferentemente 1,3-4, presentando estos compuestos una capacidad ligadora de calcio de, como mínimo, 50 mg de CaO/g de sustancia activa anhidro (= AS).

10

La capacidad ligadora de calcio de los compuestos arriba definidos puede alcanzar valores de 200 mg de CaO/g de AS y se encuentra, preferentemente, en la zona de 100-200 mg de CaO/g de AS.

15

Los compuestos arriba definidos, capacitados para ligar calcio, se denominan a continuación, para mayor sencillez "silicatos de aluminio". Esto vale, especialmente, también para los silicatos de aluminio sódico, a emplear con preferencia; todas las indicaciones realizadas con respecto a su obtención y elaboración, valen, en forma correspondiente, para la totalidad de los compuestos arriba definidos.

20

La invención se refiere a un procedimiento para la obtención de agentes de lavado y de limpieza, pobres en fosfato o bien libres de fosfato, que contienen silicatos de aluminio, así como mínimo una sustancia inorgánica u orgánica, hidrosoluble, de efecto lavador o bien limpiador, mediante secado por pulverización del preparado acuoso de una parte de

25

los componentes del agente a preparar. El procedimiento se ca-
racteriza porque, como mínimo, una parte de los silicatos de
aluminio ~~preexistentes~~ se introduce, durante la pulverización
de un preparado acuoso de los demás componentes, en el recinto,
5 en el cual se secan las partículas pulverizadas del preparado
acuoso.

El catión existente en los silicatos de aluminio
a elaborar según la presente invención, es preferentemente
sodio; pero también puede estar sustituido por hidrógeno, li-
10 tio, potasio, amonio o magnesio, así como por los cationes
de bases orgánicas hidrosolubles, por ejemplo, por aquéllas
de aminas primarias, secundarias o terciarias o bien alquilol
aminas con un máximo de 2 átomos de carbono por resto alquilo
o bien máximo 3 átomos de carbono por resto alquilol.

15 En los silicatos de aluminio descritos se trata de
productos obtenidos sintéticamente, que se pueden producir
en forma sencilla, por ejemplo, por reacción de silicatos hi-
drosolubles con aluminatos hidrosolubles en presencia de agua.
Para esta finalidad se pueden mezclar, entre sí, las solucio-
20 nes acuosas de los productos de partida o hacer reaccionar
un componente presente, en estado sólido, con el otro componen-
te presente en solución acuosa. También, mediante mezcla de
ambos componentes presentes en estado sólido, se obtienen, en
presencia de agua, preferentemente bajo desmenuzación de la
25 mezcla, los silicatos de aluminio deseados.

Los productos acuosos, así obtenidos, son inicial-
mente amorfos a los rayos X; se pueden envejecer o bien trans-
formar en estado cristalino mediante calentamiento a tempera-
turas de 50-200°C en presencia de agua. El silicato de alumi-
30 nio, amorfo o cristalino, que se obtiene inicialmente como sus

**POOR
QUALITY**

pensión acuosa, se puede separar por filtración de la solución acuosa que queda y secar a temperaturas de, por ejemplo, 50-400°C. Según las condiciones de secado, contiene el producto más o menos agua ligada. Los productos anhidro se obtienen a 800°C; los contenidos en AS de los silicatos de aluminio, se determinan calentando durante una hora a 800°C.

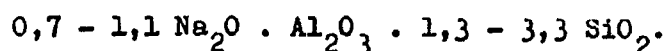
Tales temperaturas de secado o bien de deshidratación tan alta, no son recomendables en los silicatos de aluminio a emplear según la presente invención. Una ventaja especial es que también los productos secados a temperaturas considerablemente más bajas de, por ejemplo, 80-200°C, hasta retirar el agua líquida adherida, son utilizables para los fines de la presente invención. Los silicatos de aluminio así obtenidos, que contienen cantidades alternas de agua ligada, se obtienen, después de desmenuzar la torta de filtración secada, en forma de polvo fino, cuyo tamaño de partícula primario asciende, como máximo, a 0,1 mm, en la mayoría de los casos, sin embargo, es considerablemente más bajo llegando hasta la finura del polvo, por ejemplo, hasta 0,1 μ. Aquí se ha de tener en consideración que las partículas primarias pueden estar aglomeradas formando estructuraciones mayores. Sin embargo, es, sin más, posible preparar productos con tamaños de partícula primaria en la zona de 30-1 μ.

Con especial ventaja se emplean silicatos de aluminio, que se componen, como mínimo en un 80 % en peso, de partículas del tamaño de 10-0,01 μ, preferentemente 8-0,1 μ. Preferentemente, estos silicatos de aluminio no contienen partículas primarias o bien secundarias superiores a 30 μ. Siempre que aquí se trate de productos cristalinos, estos se denominan, para mayor sencillez, como "microcristalinos".

Al desarrollo de tamaños de partícula más reducidos pueden contribuir las condiciones de precipitación, exponiendo las soluciones de aluminato y de silicato mezcladas entre sí, que también se pueden conducir simultáneamente al reactor, a fuertes solicitudes de cizallamiento. Si se preparan los silicatos de aluminio cristalizados, utilizados con preferencia en la presente invención, entonces se evita el desarrollo de cristales mayores mediante lenta agitación de la masa cristalizante.

Sin embargo, al secar se pudiera presentar una aglomeración indeseada de partículas de cristalitas, de manera que se recomienda eliminar estas partículas secundarias en forma adecuada, por ejemplo, mediante aventado. También se pueden emplear los silicatos de aluminio que se obtienen en estado más basto y que han sido molturados a la granulometría deseada. Para ello, son adecuados, por ejemplo, molinos y/o aventadores, o bien sus combinaciones. Estos últimos se describen, por ejemplo, en Ullmann: "Enzyklopädie der technischen Chemie" tomo 1, 1951, páginas 632-634.

Además del tamaño de partícula de los silicatos de aluminio, puede influenciar también el estado de envejecimiento o bien de cristalización de los silicatos de aluminio, su capacidad ligadora de calcio; se emplean preferentemente productos con una capacidad ligadora de calcio en la zona de 100-200 mg de CaO/g de AS, y de estos, a su vez, los tipos cristalinos. Una capacidad ligadora de calcio, en la zona indicada, se encuentra, ante todo, en los compuestos de la composición:



Esta fórmula de sumas comprende dos tipos distintos

de silicatos de aluminio cristalinos o bien de sus productos previos amorfos a los rayos X. Estos dos tipos se diferencian por sus estructuras cristalinas (apreciable en el diagrama de flexión de rayos X) y por sus composiciones. Estas son:

- 5 a) $0,7 - 1,1 \text{ Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 1,3 - 2,4 \text{ SiO}_2$
b) $0,7 - 1,1 \text{ Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2,4 - 3,3 \text{ SiO}_2$.

Una ventaja especial del procedimiento de la presente invención consiste en que, para el secado de los silicatos de aluminio, que se obtienen después de la precipitación o bien después de la cristalización en estado húmedo y para el secado del preparado acuoso de los demás componentes del agente de lavado, se pueden mantener las condiciones de secado, en cada caso óptimas, ajustadas al producto que se ha de obtener. Contra mayores cantidades de silicato de aluminio sea extraído del preparado acuoso a secar para introducirlos como polvo seco, mayores son las cantidades de rendimiento del aparato secador. La cantidad a espolvorear en polvo de silicato de aluminio deberá ascender, por lo tanto, como mínimo a $1/4$, preferentemente como mínimo a $1/3$ de la cantidad de silicato de aluminio a incorporar en total.

Otra ventaja del procedimiento de la presente invención consiste en que los polvos de silicato de aluminio a espolvorear se pueden cargar hasta cierto grado con agentes no iónicos oleaginosos o pastosos, sin que por ello se pierdan sus buenas propiedades de polvo. Aquí se pueden aplicar, por una parte en peso de polvo de silicato de aluminio, por ejemplo, hasta 0,3 partes en peso de no iónicos.

En el secado por pulverización se pulveriza el preparado acuoso de una parte de los componentes de lavado o de limpieza, a través de toberas, a un chorro de partículas finas

y, en esta forma, se reúne con gases calientes (aproximadamente 200-300°C), de manera que las partículas se secan. Para
esto, se emplean preferentemente torres de pulverización, en
cuya parte superior se encuentran las toberas. El gas de seca
5 do caliente se conduce, en corriente en igual sentido o en
contracorriente, hacia el preparado acuoso pulverizado.

El polvo de silicato de aluminio se puede introducir en cualquier lugar arbitrario, sin embargo, en distribución lo más fina posible, en el recinto de pulverización. Ven
10 tajosamente, se sopla con aire, de manera que el polvo de silicato de aluminio y el polvo de espolvoreado se mezclen ínti-
mamente. Si el polvo de silicato de aluminio se espolvorea en
un lugar, en el que las partículas del preparado pulverizado
aún están húmedas, entonces éstas se unen con el polvo de si-
15 licato de aluminio formando aglomerados. Para ello, es adecuada, por ejemplo, la proximidad de las toberas pulverizadoras.

El preparado acuoso a secar por pulverización, contiene, en primer lugar, los componentes hidrosolubles, esta-
bles bajo las condiciones de elaboración, en cada caso, y no
20 volátiles del producto final a obtener. Entre estos se encuentran los agentes tensioactivos aniónicos, zwitteriónicos y no
iónicos y los formadores de complejo, o bien las sustancias
de armazón no formadoras de complejo, así como, en caso dado,
una parte del silicato de aluminio.

Los agentes tensioactivos contienen en la molécula,
25 como es sabido, como mínimo un resto orgánico hidrófobo y un
grupo aniónico, zwitteriónico o no iónico que le haga hidrosoluble. En el resto hidrófobo se trata, en la mayoría de los
casos, de un resto hidrocarburo alifático con 8-26, preferen-
30 temente 10-22 y, en especial, 12-18 átomos de carbono o de un

resto alquil-aromático con 6-18, preferentemente 8-16 átomos de carbono alifáticos.

Entre los agentes tensioactivos aniónicos utilizables, se encuentran aquéllos del tipo de los jabones, de los alquilbencenosulfonatos, de las mezclas de alqueno-, hidroxialcano- y disulfonatos, obtenibles por sulfonación olefínica, además, los alcano-sulfonatos, así como ésteres de ácidos α -sulfograsos, tales como, por ejemplo, los ácidos α -sulfograsos de ésteres de metilo o de etilo, hidrogenados, del ácido graso de coco, de palma o de sebo. Otros agentes tensioactivos adecuados son los monoésteres de ácido sulfúrico de alcoholes primarios o secundarios, por ejemplo, aquéllos de alcoholes grasos de coco, alcoholes grasos de sebo, alcohol oleílico o de los alcoholes secundarios, obtenibles por oxidación de parafinas así como de los productos de adición de 1-5 moles de óxido etilénico a los alcoholes mencionados. Los agentes tensioactivos aniónicos se pueden presentar en forma de sus sales sódicas, potásicas o amónicas, así como sales solubles de bases orgánicas, por ejemplo, de las sales de la mono-, di- o trietanolamina.

Como agentes tensioactivos no iónicos se pueden emplear los productos de adición de 4-40, preferentemente 4-20 moles de óxido etilénico a 1 mol de alcohol graso, alquilfenol o ácido graso. Especialmente importantes son los productos de adición de 1-16 moles de óxido etilénico a alcoholes grasos de coco o de sebo, a alcohol oleílico o a alcoholes secundarios con 8-18, preferentemente 12-18 átomos de carbono, así como a mono- o dialquilfenoles con 6-14 átomos de carbono en los restos alquilo. Además de estos no iónicos hidrosolubles, también son de interés los poliglicoléteres no, o bien no totalmente, hidrosolubles con 1-4 restos de etilengli-

coléter en la molécula, especialmente cuando se emplean junto con agentes tensioactivos no iónicos o aniónicos hidrosolubles.

5 También se pueden emplear los agentes no iónicos del tipo de los aminoóxidos o de los sulfóxidos.

Entre los agentes tensioactivos zwitteriónicos se encuentran las sustancias del tipo de las carboxibetaínas o sulfobetainas.

10 Como sustancias de armazón son adecuados, tanto los compuestos que son capaces de ligar complejamente el calcio, como también aquéllos que no poseen esta capacidad. Entre estos últimos se encuentran, por ejemplo, los bicarbonatos, carbonatos, boratos o silicatos de los alcalis, los sulfatos alcalinos así como las sales alcalinas de ácidos sulfónicos, 15 ácidos carboxílicos y ácidos sulfocarboxílicos orgánicos, no capilaractivos, conteniendo 1-8 átomos de carbono. Como ejemplos sean mencionadas las sales hidrosolubles del ácido benceno-, tolueno- o xilenosulfónico, así como las sales hidrosolubles del ácido sulfoacético, ácido sulfobenzóico o 20 de los ácidos sulfodicarboxílicos. Como sustancias de armazón formadoras de complejo, son adecuados el trifosfato así como un gran número de formadores de complejos orgánicos conocidos, del tipo de los ácidos policarboxílicos, entre los cuales, aquí, se cuentan también los ácidos carboxílicos polímeros, 25 los ácidos aminocarboxílicos, ácidos fosfónicos, ácidos fosfonocarboxílicos, ácidos hidroxicarboxílicos, carboxialquiléteres, etc.

30 Siempre que los productos de la presente invención contengan sustancias fosforosas, el contenido total en fósforo deberá ascender, en promedio, como máximo a un 6 %, prefe-

rentemente, sin embargo, como máximo a un 3 %.

La composición de los productos a obtener según la presente invención, se encuentra, por lo general, dentro del margen de la siguiente receta:

- 5 5-30 % en peso de agentes tensioactivos aniónicos y/o no iónicos y/o zwitteriónicos,
- 5-50 % en peso de silicatos de aluminio (referido a los productos pulverulentos, preferentemente, sin embargo, conteniendo agua ligada),
- 10 15-90 % en peso de sustancias de armazón formadoras de complejo y/o no formadoras de complejos,
- 0-50 % en peso de agente de blanqueo así como otros aditivos, en la mayoría de los casos, existentes en cantidades reducidas en tales productos.

- 15 Como agentes de blanqueo son adecuados los compuestos que, en solución acuosa, ceden H_2O_2 , tales como, por ejemplo, perborato o sustancias suministradoras de cloro activo. Otros aditivos, en la mayoría de los casos existentes en cantidades reducidas, son, por ejemplo, estabilizadores o inhibidores de la espuma, reblandecedores textiles, estabilizadores y/o activadores para los agentes de blanqueo, inhibidores de la corrosión, sustancias antimicrobiales, portadores de suciedad, enzimas, blanqueadores, colorantes y aromatizantes, etc.
- 20

- Los productos obtenidos según la presente invención, se pueden emplear en numerosos terrenos de la industria y del hogar para los distintos cometidos de limpieza. Ejemplos de tales terrenos de aplicación son la limpieza de aparatos, recipientes de madera, material sintético, metal, cerámica, vidrio, etc., en la industria o servicios industriales, la limpieza de muebles, paredes, suelos y objetos de cerámica, vidrio,
- 25
- 30

5 metal, madera, material sintético, la limpieza de superficies pulidas ó lacadas en el hogar, etc. Un terreno de aplicación especialmente importante es el lavado de textiles de toda clase en la industria, en lavanderías industriales y en el hogar.

Ejemplos

Se describe primeramente la obtención de los silicatos de aluminio terminados de formar, a emplear, y para los que no se reivindica protección.

10 En un recipiente de 15 l de capacidad se mezcla solución de aluminato, diluída con agua desionizada, bajo fuerte agitación; con la solución de silicato. Ambas soluciones tenían temperatura ambiente. Bajo reacción exotérmica se formó, como producto de precipitación primario, un silicato de
15 aluminio sódico amorfo a los rayos X, que se agitó fuertemente durante 10 minutos. Para la obtención de productos cristalinos se mantuvo la suspensión de los productos de precipitación amorfos a los rayos X, para su cristalización durante algún tiempo a temperatura más elevada en un recipiente destinado para ello. Después de separar la lejía por succión del
20 producto de precipitación amorfo o bién del cristalizado y lavado ulterior con agua desionizada, hasta que el agua de lavado saliente tenía un pH de, aproximadamente, 10, se secó el residuo de filtración durante 3 horas a 80°C y 100 Torr. Los
25 productos así obtenidos, se analizaron o bien se emplearon para los ensayos de aplicación técnica. Los contenidos en agua de los silicatos de aluminio no modificados catiónicamente, se determinaron calentando los productos durante una hora a 800°C.

30 Para la obtención de los silicatos de aluminio mi-

5 crocristalinos, caracterizados por el sufijo "m", se mezcló
solución de aluminato, diluida con agua desionizada, con la so-
lución de silicato y se trató en un agitador intenso de altas
10 revoluciones (10.000 rpm; fabricación "Ultraturrax" de la fir-
ma Janke y Kunkel IKA-Werk, Staufen/Breisgau/República Fede-
ral Alemana). Después de agitar fuertemente durante 10 minu-
tos, se introdujo la suspensión del producto de precipitación
amorfo en un recipiente de cristalización, donde se evitó el
desarrollo de cristales grandes mediante agitación de la sus-
15 pensión. Después de separar la lejía de la pulpa de cristal
y lavar ulteriormente con agua desionizada, hasta que el agua
de lavado saliente tenía un pH de aproximadamente 10, se se-
có el residuo de filtración, después se molturó en un molino
de bolas y, en un separador centrífugo (aventador Microplex
20 de la firma Alpine, Augsburg, República Federal Alemana), se
separó en dos fracciones, de las cuales la más fina no tenía
partículas superiores a 10μ . La distribución de la granulo-
metría se determinó con ayuda de una báscula de sedimenta-
ción.

20 El grado de cristalización de un silicato de alumi-
nio se puede determinar por la intensidad de las líneas de
interferencia de un diagrama de flexión de rayos X del produc-
to en cuestión, en comparación con los diagramas correspon-
dientes de productos amorfos a los rayos X, o bien totalmente
25 cristalizados.

Todos los porcentajes son por cientos en peso.

La capacidad ligadora de calcio de los silicatos de
aluminio se determinó de la manera siguiente:

30 1 litro de una solución acuosa, conteniendo 0,594 g
de CaCl_2 (= 300 mg de $\text{CaO}/1 = 30^\circ$ dureza alemana) y ajustada

con NaOH diluido, a un pH de 10, se mezcla con 1 g de silicato de aluminio (referido al AS). Después se agita la suspensión fuertemente durante 15 minutos a una temperatura de 22°C ($\pm 2^\circ\text{C}$). Después de separar el silicato de aluminio por filtración, se determina la dureza residual x del filtrado. De ésta se calcula la capacidad ligadora del calcio en mg de CaO/g de AS, según la fórmula: $(30 - x) \cdot 10$.

Condiciones de obtención para el silicato de aluminio II:

10 Precipitado: 2,115 kg de solución de aluminato de la composición:

17,7 % de Na_2O , 15,8 % de Al_2O_3 , 66,5 % de H_2O ,

0,585 kg de sosa cáustica

9,615 kg de agua

15 2,685 kg de una solución al 25,8 % de silicato sódico de la composición 1 Na_2O . 6 SiO_2 (obtenida como indicado bajo I)

Cristalización: 24 horas a 80°C

Secado: 24 horas a 100°C y 20 Torr

Composición: 0,8 Na_2O . 1 Al_2O_3 . 2,655 SiO_2 . 5,2

20 H_2O

Grado de cristalización: totalmente cristalino

Capacidad ligadora de calcio: 120 mg de CaO/g de AS

Condiciones de obtención para el silicato de aluminio III:

25 Precipitado: como en el silicato de aluminio II

Cristalización: 12 horas a 90°C

Secado: 24 horas a 100°C y 20 Torr

Composición: 0,8 Na_2O . 1 Al_2O_3 . 2,655 SiO_2 . 5,2 H_2O

Grado de cristalización: totalmente cristalino

30 Capacidad ligadora de calcio: 145 mg de CaO/g de AS

Condiciones de obtención para el silicato de aluminio V:

Precipitado: 4,17 kg de aluminato sólido de la composición:
38 % de Na_2O , 62 % de Al_2O_3

5 10,83 kg de una solución al 34,9 % de silicato sódico de la
composición: 1 Na_2O . 3,46 SiO_2

Cristalización: suprimida

Secado: 24 horas a 100°C

Composición: 1,5 Na_2O . 1 Al_2O_3 . 2 SiO_2 . 3 H_2O

10 Grado de cristalización: amorfo a los rayos X

Capacidad ligadora de calcio: 140 mg de CaO/g de AS

Condiciones de obtención para el silicato de aluminio XII:

15 Precipitado: 2,01 kg de solución de aluminato de la composición:

20,0 % de Na_2O , 10,2 % de Al_2O_3 , 69,8 % de H_2O

1,395 kg de sosa cáustica

9,405 kg de agua

20 2,19 kg de una solución al 25,8 % de silicato sódico de la
composición:

1 Na_2O . 6 SiO_2 (obtenida como indicado bajo I)

Cristalización: 24 horas a 80°C

Secado: 24 horas a 100°C

Composición: 0,9 Na_2O . 1 Al_2O_3 . 2 SiO_2 . 3 H_2O

25 Grado de cristalización: totalmente cristalino

Capacidad ligadora de calcio: 160 mg de CaO/g de AS

Condiciones de obtención para el silicato de aluminio XIIm:

Precipitado: como en el silicato de aluminio XII

Cristalización: 6 horas a 90°C

5 Secado: 24 horas a 100°C

Composición: $0,9 \text{ Na}_2\text{O} \cdot 1 \text{ Al}_2\text{O}_3 \cdot 2 \text{ SiO}_2 \cdot 3 \text{ H}_2\text{O}$

Grado de cristalización: totalmente cristalino

Capacidad ligadora de calcio: 157 mg de CaO/g de AS.

10 La distribución de la granulometría determinada por análisis de sedimentación de los productos microcristalinos IIm y XIIm, arriba descritos, se encontraba dentro del margen siguiente:

$> 40 \mu = 0 \%$

$< 10 \mu = 85 - 95 \%$ Máximo de la curva de distribución de la

15 $< 8 \mu = 50 - 85 \%$ granulometría 3 - 6 μ .

Los silicatos de aluminio cristalinos tenían, en el diagrama de flexión de rayos X, las siguientes líneas de interferencia:

Valores d , recogidos con irradiación de Cu-K_α en Å

20 II y IIm: 14,4 8,8 4,4 (+) 3,8 (+) 2,88 (+) 2,79 (+)
2,66 (+)

XII y XIIm: 12,4 8,6 7,0 4,1 (+) 3,68 (+) 3,38 (+)
3,26 (+) 2,96 (+) 2,73 (+) 2,60 (+)

25 Es absolutamente posible que en el diagrama de flexión de rayos X, no se presenten todas estas líneas de interferencia, especialmente cuando los silicatos de aluminio no están totalmente cristalizados. Por esta razón, se señalaron

con "(+)" todos los valores d más importantes para la caracte-
rización de estos tipos.

5 En las tablas a continuación se aprecia la composi-
ción de cinco agentes de lavado, que se obtuvieron, empleando
los silicatos de aluminio Im o bien XIIm, según el procedimien-
to de la presente invención.

10 Para la obtención de los agentes de lavado según
ejemplo 1 y 2, se parte de un preparado pastoso, conteniendo
aproximadamente un 40 % de agua libre, de los componentes
1-11 y por pulverización en una torre bajo conducción en con-
tracorriente de aire caliente (unos 260°C), se transformó en
un polvo fino. Durante la pulverización en caliente se sopla,
15 en la torre, silicato de aluminio seco con aire aproximadamen-
te a la altura de las toberas de pulverización. Se obtiene
una mezcla homogénea, en la que las partículas del silicato
de aluminio soplado se aglomeran con las partículas obtenidas
por secado del preparado acuoso. Esta mezcla representa, en
el caso del ejemplo 1, el agente de lavado terminado, mien-
tras en el caso del ejemplo 2, después de enfriar, se mezcla
20 con perborato.

Para la obtención del agente de lavado de los ejem-
plos 3 y 4, se procede en forma similar a como arriba descrito,
pero con la variación de que aquellas sustancias que en la
tabla se designan con "Ø" se introducen en el preparado acu-
25 so y las señaladas con "↓" se espolvorean en seco. En el caso
del ejemplo 3 esto vale también para una parte del trifosfato.

Para la obtención del agente de lavado según el ejem-
plo 5, se espolvorean los dos no iónicos sobre una parte del
polvo de silicato de aluminio seco y el producto de libre
30 fluidez así obtenido se sopla durante el secado por pulveriza

ción del preparado acuoso de los demás componentes en la torre de pulverización.

5 Sigue una explicación de las abreviaciones empleadas en la tabla para los componentes de los agentes de lavado allí descritos. Siempre que se trate de componentes salinos, agentes tensioactivos salinos así como otras sales, éstas se presentarán como sales sódicas.

10 "ABS" la sal de un ácido alquilbencenosulfónico, obtenida por condensación de olefinas de cadena recta con benceno y sulfonación del alquilbenceno así obtenido, con 10-15, preferentemente 11-13 átomos de carbono en la cadena alquilo,

15 "HPK-sulfonato" o bien "HST-sulfonato" el sulfonato obtenido de éster metílico de ácido graso de palma hidrogenado o bien éster metílico de ácido graso de sebo hidrogenado por sulfonación con SO_3 ,

20 "OA + x EO" o bien "TA + x EO" los productos de adición de óxido etilénico (EO) a alcohol oleílico industrial (OA) o bien a alcohol graso de sebo (TA) (índice iodo = 0,5), caracterizando las indicaciones numerales para x la cantidad molar de óxido etilénico adicionada a 1 mol de alcohol,

"EDTA" la sal del ácido etilendiamintetraacético,

"CMTS" la sal del ácido carboximetiltartrónico,

"HEDP" la sal del ácido 1-hidroxietano-1,1-difosfónico,

25 "DMDP" la sal del ácido dimetilaminometan-difosfónico,

"CMC" la sal de la celulosa carboximetilica.

Componente	% en peso del componente en el agente de lavado según el ejemplo	
	1	2
(1) ABS	1,4	4,5
(2) HPK-Sulfonato	-	1,0
(3) OA + 10 EO	7,6	2,3
(4) $\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$	7,8	-
(5) CMTS	-	20,0
(6) Na_2CO_3	18,3	-
(7) Na_2SiO_3	5,4	-
(8) $\text{Na}_2\text{O} \cdot 3,3 \text{SiO}_2$	-	6,5
(9) EDTA	-	0,2
(10) CMC	0,8	1,3
(11) Na_2SO_4	10,0	7,0
(12) H_2O	10,3	7,2
(13) Silicato de aluminio Im	38,4	25,0
(14) $\text{NaBO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}_2 \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$	-	25,0

Componente	% en peso del componente en el agente de lavado según el ejemplo		
	3	4	5
TA + 14 EO	3,8	6,5	9,6 (+)
TA + 5 EO	2,2	3,5	4,4
ABS	7,0	-	-
HST-Sulfonato	-	2,5	-
Jabón C ₁₂ -C ₂₂	3,4	-	-
Inhibidor de espuma	-	0,8	-
Silicato de aluminio Im \ominus	12,9	-	20,0
Silicato de aluminio Im \downarrow	7,1	-	20,0
Silicato de aluminio XIIm \ominus	-	15,0	-
Silicato de aluminio XIIm \downarrow	-	15,0	-
Na ₅ P ₃ O ₁₀ \ominus	2,9	-	-
Na ₅ P ₃ O ₁₀ \downarrow	7,1	-	-
CMTS	-	8,0	13,0
EDTA	0,3	0,3	-
Na ₂ O . 3,3 SiO ₂	5,0	5,0	5,0
Na ₂ CO ₃	-	-	8,5
NaBO ₂ . H ₂ O ₂ . 3 H ₂ O	28,5	25,0	-
Na ₂ SO ₄	5,5	5,1	9,3
MgSiO ₃	2,0	2,0	-
CMC	1,5	1,6	1,5
H ₂ O	10,8	9,7	8,7

(+) Del 9,6 % de Ta + 14 EO se encontraba un 7,4 % en el preparado acuoso mientras un 2,2 % se había toberizado sobre el silicato de aluminio a espolvorear.

El EDTA se puede sustituir por la misma cantidad de HEDP o DMDP, el $\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$ por la misma cantidad de un sustituto de fosfato libre de fósforo, tal como, por ejemplo, por CMTS o por citrato.

5

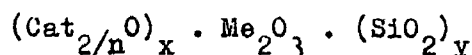
N O T A .-

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 Austria, bajo el número A 5522/74, de fecha de 4 de julio de 1,974, acogiéndose por lo tanto a los beneficios 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 AGENTES DE LAVADO O DE LIMPIEZA POBRES EN FOSFATO O BIEN LIBRES DE FOSFATO; caracterizándose por lo siguiente:

20

1.- Procedimiento para la obtención de agentes de lavado y de limpieza pobres en fosfato o bien libres de fosfato, que además de, como mínimo, una sustancia inorgánica u orgánica, hidrosoluble, de efecto lavador o bien limpiador, como ulterior componente, contienen compuestos hidrosolubles capaces para ligar calcio, finamente repartidos, preferentemente conteniendo agua ligada, de fórmula general

25



donde Cat significa un catión intercambiable por calcio con

la valencia n, x significa un número de 0,7-1,5, Me significa boro o aluminio e y es un número de 0,8-6, preferentemente de 1,3-4, presentando estos compuestos (= silicatos de aluminio) una capacidad ligadora de calcio de como mínimo 50 mg de CaO/g de sustancia activa anhidro, mediante secado por pulverización del preparado acuoso de una parte de los componentes del agente a preparar, caracterizado porque como mínimo una parte de los silicatos de aluminio pulverulentos, se introduce durante el secado por pulverización de un preparado acuoso de los demás componentes en el recinto, donde se secan las partículas pulverizadas del preparado acuoso.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la cantidad del polvo de silicato de aluminio a espolvorear según la reivindicación 1, asciende a 1/4, preferentemente, como mínimo, 1/3 de la cantidad de silicato de aluminio existente en el producto final, mientras que el resto se encuentra en el preparado a secar por pulverización.

3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se elaboran silicatos de aluminio cristalinos.

4.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 - 3, caracterizado porque se introducen silicatos de aluminio pulverulentos, que están cargados con no iónicos.

5.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 - 4, caracterizado porque se emplean silicatos de aluminio con una capacidad ligadora de calcio de 100 - 200 mg de CaO/g de AS.

6.- Procedimiento para la obtención de agentes de lavado o de limpieza pobres en fosfato o bien libres de fosfato, tal y como queda sustancialmente descrito en la presen-

te Memoria.

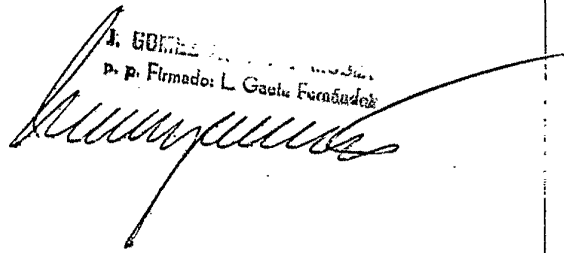
Esta Memoria consta de 22 hojas escritas a máquina
por una sola cara.

- 3 JUL. 1975 .

Madrid,

HENKEL & CIE GMBH.

J. GOMEZ
p. p. Firmado: L. Gacto Fernández

A large, stylized handwritten signature in black ink, written over the typed name and address. The signature is cursive and appears to be 'L. Gacto Fernández'.