



ESPAÑA

10 ES	11 NUMERO	10 A1
	21	
	22 FECHA DE PRESENTACION	
	29.9.76	41

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES: 31 NUMERO	32 FECHA	33 PAIS
50/117815/75	30.9.75	japonesa

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	CMD	

54 TITULO DE LA INVENCION
UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UNA COMPOSICION DETERGENTE GRANULADA O PULVERULENTA.

71 SOLICITANTE (S)
KAO SOAP CO., LTD.

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
1, 1-chome, Nihonbashi-Kayabacho, Chuo-ku, Tokyo, Japon.

72 INVENTOR (ES)
Moriyasu Murata; Fumio Sai; Takashi Fujino. Todos ellos japoneses.

73 TITULAR (ES)
El mismo solicitante.

74 REPRESENTANTE
DON BERNARDO UNGRIA GOIBURU.



1       tensoactivos presentan tendencia a aglutinarse y, por lo  
tanto, no pueden ser fácilmente utilizados en la práctica.

5       Esta invención se refiere a una mejora en las composi-  
ciones detergentes granuladas o pulverulentas que comprenden  
por lo menos un miembro seleccionado entre agentes tensoac-  
tivos resistentes al agua dura tales como sales de alquil-  
etoxisulfato, sales de alquilfeniletosisulfato y agentes ten-  
soactivos no iónicos del tipo de óxido de etileno y otros  
agentes tensoactivos con tendencia a aglutinarse, tales como  
10       sales de alquilsulfatos ramificados, sales de alcanosulfona-  
tos, sales de olefinsulfonatos del tipo vinilidénico y sales  
de olefinsulfonatos internos, donde la tendencia a aglutinar-  
se se ha reducido notablemente.

15       Las propiedades de aglutinación de un detergente gra-  
nulado o pulverulento influyen negativamente no solo en las  
operaciones de manufactura sino también en la manipulación  
del detergente en los hogares. El valor comercial de un de-  
tergente con tendencia a aglutinarse es muy bajo. Por consi-  
guiente, es muy importante evitar la aglutinación de los de-  
20       tergentes granulados o pulverulentos.

25       Se sabe por experiencia que la propiedad de aglutina-  
ción de un detergente granulado o pulverulento está influí-  
da considerablemente por el tipo de agente tensoactivo que  
contiene. Por ejemplo, el bencenosulfonato sódico y el to-  
luensulfonato sódico son eficaces para evitar el aglutina-  
miento de las sales de alquilbencenosulfonatos ramificados  
y el sulfosuccinato sódico es eficaz para evitar el aglutina-  
30       miento de las sales de alquilbencenosulfonatos lineales. Pe-  
ro se dice que el efecto antiaglutinante del sulfosuccinato  
sódico no es alto para los agentes tensoactivos citados en

1 primer lugar y el efecto antiaglutinante del bencenosulfonato  
sódico o del toluensulfonato sódico no es alto para los  
agentes tensoactivos citados en último lugar.

5 Aunque los agentes tensoactivos antes mencionados con  
tendencia a aglutinarse poseen una detergencia excelente,  
las composiciones detergentes granuladas o pulverulentas que  
contienen estos agentes tensoactivos presentan tendencia a  
aglutinarse y su valor comercial es muy bajo.

COMPENDIO DE LA INVENCION

10 Hemos descubierto que un polioxietilen-alquil o alque-  
nil-éter que es sólido a la temperatura ambiente, es de-  
cir; sólido a temperaturas inferiores a unos 35°C, y que  
responde a la fórmula dada más adelante, comunica un efecto  
antiaglutinante muy intenso a las composiciones detergentes  
15 que contienen un agente tensoactivo con tendencia a agluti-  
narse. Ahora hemos completado esta invención basándonos en  
este hallazgo. Más específicamente, de acuerdo con esta in-  
vención, se proporciona una composición detergente granula-  
da o pulverulenta que comprende de 0,2 a 20 % en peso, pre-  
feriblemente de 1 a 10 % y todavía mejor de 2 a 6 % de un  
20 polioxietilen-alquil o alquenil-éter o una mezcla de dichos  
éteres, de fórmula:



25 donde R es alquilo o alquenilo de 12 a 18 átomos de carbo-  
no y n es un número entero de 100 a 300, preferiblemente de  
200 a 300.

30 Como se ha señalado anteriormente, hasta ahora se ha  
considerado que un agente tensoactivo no iónico del tipo de  
polioxietilen-alquil o alquenil-éter producía aglutinación  
en las composiciones detergentes pulverulentas y no se ha

1 considerado que este agente tensoactivo no iónico pudiera  
presentar un efecto antiaglutinante. Incluso cuando el número  
5 ro medio de átomos de carbono del grupo alquilo o alquenilo  
en la fórmula (I) anterior es inferior a 12, el efecto anti-  
aglutinante es apreciable pero no puede obtenerse un efecto  
suficiente. El objeto de esta invención solamente puede con-  
seguirse cuando el número medio de átomos de carbono del gru-  
10 po alquilo o alquenilo es 12 ó más. Prácticamente es imposi-  
ble obtener un alcohol con un número medio de átomos de car-  
bono superior a 18 y por lo tanto este tipo de alcohol queda  
excluido de los límites de esta invención. El grupo alquilo  
o alquenilo puede ser lineal o ramificado.

15 No puede obtenerse un efecto antiaglutinante suficien-  
te cuando n (el número de moles de unidades óxido de etileno  
adicionadas) es inferior a 100. Cuando n es 100 ó más, puede  
obtenerse un efecto antiaglutinante práctico y el efecto es  
gradualmente aumentado a medida que n aumenta hasta un nivel  
20 máximo obtenido cuando n es alrededor de 200 a 300. Cuando  
n pasa de 300, no se observa ningún aumento sustancial adi-  
cional del efecto antiaglutinante deseado de esta invención  
sino que el óxido de etileno es desperdiciado. Por consi-  
guiente, se prefiere que n esté comprendido entre 100 y 300,  
preferiblemente entre 200 y 300.

25 La cantidad del polioxietilen-alquil o alquenil-éter  
de fórmula (I) incorporada a la composición detergente se  
determina de acuerdo con el contenido de agente tensoactivo  
con tendencia a aglutinarse en las composiciones detergentes.  
La relación ponderal del éter de fórmula (I) al agente tenso-  
30 activo con tendencia a aglutinarse debe ser de 10/100 como  
mínimo. Para que el agente tensoactivo con tendencia a aglu-

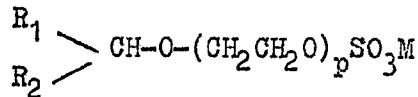
1 tinarse ejerza su actividad de lavado inherente muy resis-  
tente al agua dura o una actividad de lavado normal, el agen-  
te tensoactivo con tendencia a aglutinarse debe ser incor-  
porado en una proporción del 2 % en peso como mínimo, calcu-  
5 lada sobre el peso total de la composición detergente. La  
relación de éter de fórmula (I) a agente tensoactivo con  
tendencia a aglutinarse debe ser de 10/100 como mínimo para  
obtener un efecto antiaglutinante suficiente. Si el agente  
tensoactivo con tendencia a aglutinarse se incorpora en una  
10 proporción superior al 40 % en peso, sobre el peso total de  
la composición detergente, es prácticamente imposible evi-  
tar la aglutinación. Por consiguiente, es crítico que el po-  
lioxietilen-alquil o alquenil-éter de fórmula (I) sea  
incorporado en una proporción del 0,2 % en peso como mínimo.  
15 Una cantidad demasiado grande no es rentable. Por consi-  
guiente, el éter de fórmula (I) se incorpora en una propor-  
ción de 0,2 a 20 %, preferiblemente de 1 a 10 % y todavía  
mejor de 2 a 6 % en peso, sobre el peso total de la composi-  
ción detergente.

20 En la práctica de esta invención, se prefiere que el  
polioxietilen-alquil o alquenil-éter de fórmula (I) sea  
incorporado en una proporción de 1/10 a dos veces la canti-  
dad de agente tensoactivo con tendencia a aglutinarse, cal-  
culado en peso.

25 El polioxietilen-alquil o alquenil-éter de fórmula (I)  
pueda obtenerse adicionando óxido de etileno al correspon-  
diente alcohol por un método conocido. Puede utilizarse cual-  
quier alcohol natural o sintético siempre que el número me-  
30 dio de átomos de carbono sea de 12 a 18. Estos alcoholes  
pueden contener un doble enlace etilénico.

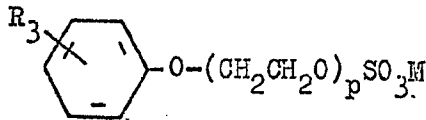
1 Los agentes tensoactivos con tendencia a aglutinarse  
a los que se aplica eficazmente el agente antiaglutinante  
de esta invención son los siguientes:

- (a) sales de alquiletosisulfato y  
5 (b) sales de alquilfeniletosisulfato, que tienen res-  
pectivamente las fórmulas:



y

10

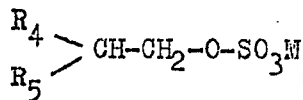


15

donde  $R_1$  y  $R_2$  son hidrógeno o alquilo o alqueniilo de 1 a 17  
átomos de carbono;  $R_3$  es alquilo o alqueniilo de 4 a 16 áto-  
mos de carbono, siendo el número medio de átomos de carbono  
del alcohol o del alquilfenol antes de la adición del óxido  
de etileno de 10 a 18;  $p$  es un número de 0,5 a 5 y  $M$  es un  
metal alcalino o alcalinotérreo.

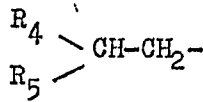
20

- (c) sales de alquilsulfato ramificado de fórmula:



donde  $R_4$  y  $R_5$  son alquilo o alqueniilo de 1 a 15 átomos de  
carbono y el número total de átomos de carbono de

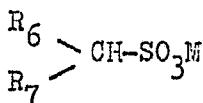
25



está comprendido entre 10 y 18 y  $M$  es un metal alcalino o  
alcalinotérreo.

30

- (d) sales de alcanosulfonato de fórmula:



1 donde  $R_6$  y  $R_7$  son hidrógeno o alquilo de 1 a 17 átomos de  
carbono, con la condición de que el número total de átomos  
de carbono en



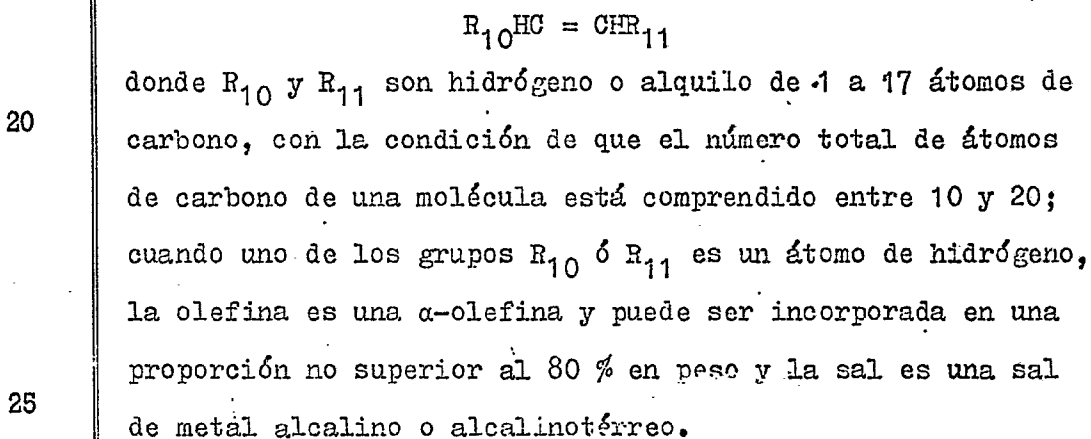
esté comprendido entre 10 y 18 y M representa un metal alcalino o alcalinotérreo.

(e) sales de olefinsulfonato del tipo vinilidénico, por ejemplo sulfonatos de olefinas de fórmula:



15 donde  $R_8$  y  $R_9$  son alquilo de 1 a 15 átomos de carbono, con la condición de que el número total de átomos de carbono en una molécula esté comprendido entre 10 y 18 y la sal es una sal de metal alcalino o alcalinotérreo.

(f) sales internas de olefinsulfonato, por ejemplo sulfonatos de olefinas de fórmula:



25 (g) agentes tensoactivos no iónicos del tipo de óxido de etileno, tales como polioxietilen-alquil o alqueril-éteres que se obtienen adicionando de 6 a 12 moles de óxido de etileno a un alcohol  $C_{12}$ - $C_{18}$ ; polioxietilen-alquilaril-éteres  
30 que se obtienen adicionando de 6 a 12 moles de óxido de eti-

1 leno a alquifenoles con un grupo alquilo  $C_6-C_{10}$ ; ésteres de  
polioxietileno y ácidos grasos saturados o insaturados que  
se obtienen adicionando de 8 a 20 moles de óxido de etileno  
a un ácido graso  $C_{12}-C_{18}$  y ésteres de polioxietileno (4 a 20  
5 moles) sorbitano de ácidos grasos saturados o insaturados  
( $C_{12}-C_{18}$ ), con un valor BLH de 8 a 18. todos ellos.

La composición detergente de esta invención contiene  
de 2 a 40 % de por lo menos uno de dichos detergentes con  
tendencia a aglutinarse, como componente crítico. Además, la  
10 composición detergente de esta invención puede contener de  
0 a 20 % en peso de otros agentes tensoactivos (diferentes  
de los agentes tensoactivos (a) a (g)), por ejemplo sales  
sódicas o potásicas de ácidos alquilbencenosulfónicos, ésteres  
de ácidos alquilsulfúricos con un número medio de átomos  
15 de carbono de 11 a 18 y ácidos  $\alpha$ -olefinsulfónicos con un número  
medio de átomos de carbono de 10 a 20; 10 a 40 % en peso  
de reforzantes detergentes inorgánicos u orgánicos tales  
como sales de ácidos fosfóricos condensados, v.g. tripoli-  
fosfato sódico y pirofosfato sódico; silicatos, carbonatos,  
20 sal de Glauber y boratos; reforzantes orgánicos como sales  
de ácido nitrilotriacético y sales de ácido cítrico; agentes  
contra la redeposición como carboximetilcelulosa, alcohol  
polivinílico y polivinilpirrolidona; enzimas; agentes blan-  
queadores; colorantes fluorescentes; agentes azulesadores;  
25 perfumes y otros aditivos habitualmente utilizados en las  
composiciones detergentes convencionales para el lavado de  
la ropa.

Esta invención será descrita ahora mediante los siguientes  
ejemplos ilustrativos.

30 Cada una de las muestras utilizadas en estos ejem-

1 plos se preparó y ensayó de la siguiente forma:

5 Una suspensión detergente constituida por 60 % en peso de componentes detergentes y 40 % en peso de agua se carga en un tanque mezclador de 10 cm de diámetro y 12 cm de profun-  
10 didad, provisto de una camisa de calefacción. La suspensión se mezcla y agita uniformemente a 60°C y después se deja en reposo durante 15 minutos. Después la suspensión se seca a 60-80°C a presión reducida, en un secadero de tambor a vacío, hasta que el contenido en agua se reduce prácticamente a  
15 cero. Se tamiza el detergente pulverulento resultante, se recuperan las partículas de un tamaño de 420 a 710 micras y se dejan en reposo en un tanque mantenido a una temperatura de 30°C y a una humedad relativa del 80 % para ajustar el contenido en agua a  $9 \pm 1$  % en peso, después de lo cual el detergente se somete a ensayo.

La propiedad aglutinante se determina de la siguiente forma:

20 Se introducen 12,5 g de la muestra en un envase formado por papel de filtro (7,4 x 4,4 x 2,8 cm (altura)) y se nivela la muestra. Se coloca sobre la misma una placa de hierro con un tamaño de 7,2 x 4,2 cm y en este estado se deja la muestra en reposo en un tanque termostatzado mantenido a una temperatura de 30°C y a una humedad relativa del 80 %, durante 7 días. Después el detergente pulverulento se coloca  
25 sobre un tamiz de 4 mm x 4 mm de malla para que lo atraviese por la acción de la gravedad. Se mide el peso A (g) del polvo que queda sobre el tamiz y el peso B (g) del polvo que lo atraviesa. La relación de paso se calcula mediante la siguiente ecuación:  
30

1

$$\text{Relación de paso (\%)} = \frac{B}{A + B} \times 100$$

Un valor alto de la relación de paso indica un grado bajo de aglutinación.

EJEMPLO 1

5

Siguiendo los métodos prescritos anteriormente, se preparan detergentes pulverulentos con las siguientes composiciones y se determinan sus relaciones de paso.

10

Dodecilmencenosulfonato sódico lineal	10 partes
Alquiletoxisulfato sódico <sup>*1</sup>	10 partes
Tripolifosfato sódico	20 partes
Silicato sódico (JIS nº 2)	10 partes
Carbonato sódico	5 partes
Carboximetilcelulosa	1 parte
Agua	8 partes
Agente antiaglutinante (indicado en la Tabla I)	5 partes
Sal de Glauber	<u>el resto</u>
Total	100 partes

15

20

\*1 Sal sódica obtenida adicionando 2,8 moles de óxido de etileno a una mezcla de un alcohol superior ramificado y un alcohol superior lineal (Oxocol 1415 manufacturado por Nissan Kagaku y con un número medio de átomos de carbono de 14,5, conteniendo 40 % de un alcohol ramificado en la mezcla) y sulfatando y neutralizando el aducto.

25

30

TABLA I

Muestra nº	Agente antiaglutinante	Observaciones	Relación de paso (%)
1	ninguno	comparativo	20
5	2 bencenosulfonato sódico	id.	25
	3 toluensulfonato sódico	id.	28
	4 sulfosuccinato sódico	id.	30
	5 polioxietilen( $\bar{P}$ =10)estearil-éter <sup>#1</sup>	id.	19
10	6 polioxietilen( $\bar{P}$ =50)estearil-éter	id.	32
	7 polioxietilen( $\bar{P}$ =100)estearil-éter	esta invención	85
	8 polioxietilen( $\bar{P}$ =200)estearil-éter	id.	91
	9 polioxietilen( $\bar{P}$ =300)estearil-éter	id.	94
15	10 polioxietilen( $\bar{P}$ =400)estearil-éter	comparativo	94
	11 polioxietilen( $\bar{P}$ =200)octil-éter	id.	49
	12 polioxietilen( $\bar{P}$ =200)dodecil-éter	esta invención	58
20	13 aducto de oxoalcohol <sup>#2</sup> -óxido de etileno ( $\bar{P}$ =180)	id.	84
	14 aducto de oxoalcohol <sup>#3</sup> -óxido de etileno ( $\bar{P}$ =250)	id.	54
	15 aducto de alcohol superior <sup>#4</sup> -óxido de etileno ( $\bar{P}$ =280)	id.	92
25	16 polioxietilen( $\bar{P}$ =250)oleil-éter	id.	90

#1: P = número de moles de óxido de etileno.

#2: Oxocol 1415 (manufacturado por Nissan Kagaku).

#3: Oxocol 1213 (manufacturado por Nissan Kagaku).

#4: Número medio de átomos de carbono, 17; relación ponderal de cadena lineal/cadena ramificada = 30/70.

30

1  
5  
10  
15  
20  
25  
30

Como se deduce fácilmente de los resultados de la Tabla I, las muestras 2 y 4 indican que los agentes antiaglutinantes conocidos de alquilbencenosulfonato ramificado o lineal no ejercen ningún efecto preventivo de la aglutinación en una composición detergente que contiene alquiletoxisulfatos con tendencia a aglutinarse pero un polioxietilen-alquil o alquenil-éter producido por adición de 100 moles como mínimo de óxido de etileno o un alcohol con un número medio de átomos de carbono de 12 por lo menos, comunica un elevado efecto preventivo de la aglutinación a dicha composición detergente. No se describen específicamente los polioxietilen-éteres con un grupo alquilo o alquenilo de más de 18 átomos de carbono porque es prácticamente imposible obtener este tipo de éter y no está incluido dentro de esta invención. Cuando se utiliza un polioxietilen-éter con más de 300 moles de óxido de etileno adicionados, no se obtiene ningún efecto mejorado adicional y el exceso de óxido de etileno se desperdicia.

EJEMPLO 2

Se estudió la relación entre la cantidad incorporada de agente antiaglutinante y el efecto antiaglutinante. Los resultados se encuentran en la Tabla II.



TABLE II

Composición (partes)	Muestra nº									
	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26
Dodecibencenosulfonato sódico lineal	10	10	10	18	18	18	0	0	0	0
Alquiletoxissulfato sódico empleado en el Ejemplo 1	2	2	2	7	7	7	30	30	30	45
Silicato sódico	10	10	10	10	10	10	5	5	5	0
Carbonato sódico	5	5	5	5	5	5	5	5	5	0
Carboximetilcelulosa	1	1	1	1	1	1	1	1	1	0
Agua	10	10	10	8	8	8	5	5	5	2
Polioxietilen(F=200)estearil-éter	0	0,1	0,2	0	0,4	1	0	20	50	53
Tripolifosfato sódico	15	15	15	10	10	10	0	0	0	0
Sal de Glauber	← el resto →									
Total	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
Observaciones*	B	B	A	B	B	A	B	A	B	B
Relación de paso	40	42	55	0	35	59	0	54	56	32

\* A: esta invención B: Comparativo

1

5

10

15

20

25

30

TABLA II

1  
  
  
  
  
5  
  
  
  
  
10  
  
  
  
  
  
  
15  
  
  
  
  
  
  
20  
  
  
  
  
25  
  
  
  
  
30

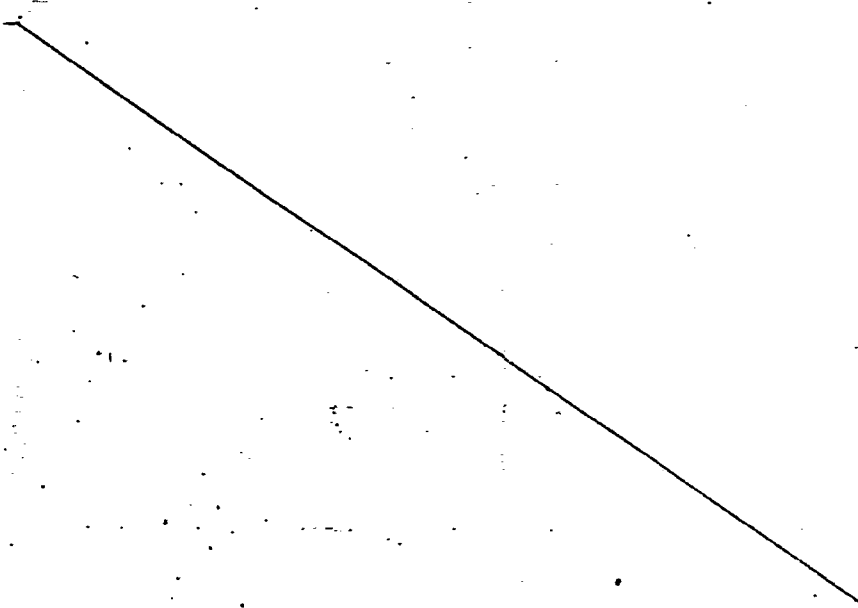
Composición (partes)	17	18	19	20	21
Dodecilmencenosulfonato sódico lineal	10	10	10	18	18
Alquiletoxisulfato sódico empleado en el Ejemplo 1	2	2	2	7	7
Silicato sódico	10	10	10	10	10
Carbonato sódico	5	5	5	5	5
Carboximetilcelulosa	1	1	1	1	1
Agua	10	10	10	8	8
Polioxietilen( $\bar{P}$ =200)estearil-éter	0	0,1	0,2	0	0
Tripolifosfato sódico	15	15	15	10	10
Sal de Glauber					
Total	100	100	100	100	100
Observaciones <sup>*</sup>	B	B	A	B	B
Relación de paso	40	42	55	0	35

<sup>\*</sup> A: esta invención      B: Comparativo

TABLA II

		Muestra nº										
		17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	
sal en		10	10	10	18	18	18	0	0	0	0	
		2	2	2	7	7	7	30	30	30	45	
		10	10	10	10	10	10	5	5	5	0	
		5	5	5	5	5	5	5	5	5	0	
		1	1	1	1	1	1	1	1	1	0	
		10	10	10	8	8	8	5	5	5	2	
		0	0,1	0,2	0	0,4	1	0	20	50	53	
		15	15	15	10	10	10	0	0	0	0	
			← el resto →									
		100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	
	B	B	A	B	B	A	B	A	B	B		
	40	42	55	0	35	59	0	54	56	32		

parativo



1            Como indica la Tabla II, puede obtenerse un efecto anti-  
2            aglutinante suficiente cuando el polioxietilen-alquil-éter  
3            se incorpora en una proporción de 10 partes como mínimo por  
4            cada 100 partes del agente tensoactivo con tendencia a aglu-  
5            tinarse (véanse las muestras 19 y 22). En otras palabras,  
6            debido a que para obtener un poder detergente significativo,  
7            el agente tensoactivo con tendencia a aglutinarse debe incor-  
8            porarse en una proporción del 2 % como mínimo, calculada so-  
9            bre la composición total, el agente antiaglutinante debe in-  
10            corporarse en una proporción del 0,2 % como mínimo. La in-  
11            corporación de más del 20 % de agente antiaglutinante es in-  
12            necesaria porque se consume inútilmente (muestras 24 y 25).  
13            Si la cantidad de agente tensoactivo aglutinante pasa del  
14            40 %, es prácticamente imposible evitar la aglutinación  
15            (véase la muestra 26).

EJEMPLO 3

Se prepara un detergente pulverulento con la siguiente composición y se evalúa la relación de paso para determinar su tendencia a aglutinarse.

20	Agente tensoactivo (indicado en la Tabla III)	a partes
	Tripolifosfato sódico	20 partes
	Silicato sódico (JIS nº 2)	10 partes
	Carbonato sódico	5 partes
	Carboximetilcelulosa	0,8 partes
25	Polietilenglicol (peso molecular promedio = 6000)	0,2 partes
	Agua	8 partes
	Polioxietilen ( $\bar{P}$ =200)estearil-éter	b partes
	Sal de Glauber	<u>el resto</u>
30	Total	100 partes

TABLA III

Muestra nº	Agente tensoactivo	a (partes)	b (partes)	Observacio- nes <sup>a</sup>	Relación de paso (%)
27	Alquiletoxissulfato sódico <sup>#1</sup>	15	0	B	0
28	id.	15	3	A	70
29	Alquiletoxissulfato sódico <sup>#2</sup>	20	0	B	0
30	id.	20	5	A	71
31	Alquilsulfato sódico ramificado <sup>#3</sup>	30	0	B	42
32	id.	30	5	A	82
33	Alcanosulfonato sódico <sup>#4</sup>	35	0	B	8
34	id.	35	10	A	88
35	Olefinsulfonato sódico de tipo vinilidénico <sup>#5</sup>	18	0	B	43
36	id.	18	10	A	95
37	Olefinsulfonato sódico interno <sup>#6</sup>	17	0	B	28
38	id.	17	4	A	80
39	Polioxi-etilen-dodecil-éter <sup>#7</sup>	10	0	B	12
40	id.	10	10	A	65
41	Dodecilsulfonato sódico lineal	20	0	B	96
42	id.	20	5	B	98
43	Alquilsulfato sódico lineal <sup>#8</sup>	20	0	B	98
44	id.	20	3	B	100
45	c-Olefinsulfonato sódico <sup>#9</sup>	20	0	B	99
46	id.	20	3	B	100

<sup>a</sup> A: esta invención

B: comparativo

TABLA III

Muestra nº	Agente tensoactivo	a (partes)
	Alquiletoxisulfato sódico <sup>*1</sup>	15
5	id.	15
	Alquiletoxisulfato sódico <sup>*2</sup>	20
	id.	20
	Alquilsulfato sódico ramificado <sup>*3</sup>	30
	id.	30
10	Alcanosulfonato sódico <sup>*4</sup>	35
	id.	35
	Olefinsulfonato sódico de tipo vinilidénico <sup>*5</sup>	18
	id.	18
	Olefinsulfonato sódico interno <sup>*6</sup>	17
15	id.	17
	Polioxietilen-dodecil-éter <sup>*7</sup>	10
	id.	10
	Dodecilbencenosulfonato sódico lineal	20
	id.	20
20	Alquilsulfato sódico lineal <sup>*8</sup>	20
	id.	20
	$\alpha$ -Olefinsulfonato sódico <sup>*9</sup>	20
	id.	20

\* A: esta invención

B: comparativo

TABLA III

	<u>a</u> <u>(partes)</u>	<u>b</u> <u>(partes)</u>	<u>Observacio-</u> <u>nes<sup>#</sup></u>	<u>Relación de</u> <u>paso (%)</u>
#1	15	0	B	0
	15	3	A	70
#2	20	0	B	0
	20	5	A	71
ificado <sup>#3</sup>	30	0	B	42
	30	5	A	82
	35	0	B	8
	35	10	A	88
e tipo vinilidénico <sup>#5</sup>	18	0	B	43
	18	10	A	95
terno <sup>#6</sup>	17	0	B	28
	17	4	A	80
er <sup>#7</sup>	10	0	B	12
	10	10	A	65
sódico lineal	20	0	B	96
	20	5	B	98
eal <sup>#8</sup>	20	0	B	98
	20	3	B	100
#9	20	0	B	99
	20	3	B	100

1 De los resultados indicados en la Tabla III se deduce  
fácilmente que aunque los detergentes pulverulentos que con-  
tienen un agente tensoactivo tienen una gran tendencia a  
aglutinarse, la aglutinación de los detergentes (A) de esta  
5 invención que contienen un polioxietilen( $\bar{P}=200$ )estearil-éter  
es reducida considerablemente.

Notas

Los agentes tensoactivos indicados en la Tabla III  
son los siguientes:

- 10 \*1: Sal sódica preparada por adición de 3,4 moles de óxido  
de etileno a un alcohol superior lineal (con un número  
medio de átomos de carbono de 14) y sulfatando y neu-  
tralizando el aducto.
- 15 \*2: Unitol C-S {manufacturado por Nippon Unitol; sal sódica  
de un alcohol superior secundario-etoxi sulfato (el nú-  
mero de átomos de carbono del alcohol es de 14-15)}.
- \*3: Sal sódica de un producto sulfatado de oxoalcohol con un  
peso molecular promedio de 205.
- 20 \*4: Hostapur 60 (manufacturado por Hoechst; peso molecular  
promedio = 319).
- \*5: El número medio de átomos de carbono es 16.
- 25 \*6: Sal sódica de olefinsulfonato (la olefina está constituí-  
da principalmente por una olefina interna;  $\alpha$ -olefina/ole-  
fina interna = 20/80; número medio de átomos de carbo-  
no = 16,2).
- \*7: El número de moles de óxido de etileno adicionado es 8,4.
- 30 \*8: Sal sódica de un éster de ácido sulfúrico de un alcohol  
superior lineal (con un número medio de átomos de carbo-  
no de 14).

19: Dialene 168 (manufacturado por Mitsubishi Kasei;  $\alpha$ -olefinsulfonato sódico derivado de una  $\alpha$ -olefina lineal donde el contenido en  $C_{16}$  es 57,3 % y el contenido en  $C_{18}$  es 42,7 %).

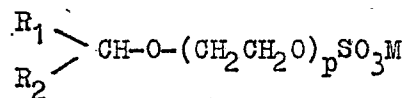
En resumen, la Patente de Invención que se solicita deberá recaer sobre las siguientes:

REIVINDICACIONES

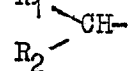
1. Un procedimiento para la preparación de una composición detergente granulada o pulverulenta que consiste en 1) combinar en cualquier orden deseado:

I. de 2 a 40 % en peso de un primer agente tensoactivo con tendencia a aglutinarse, seleccionado entre el grupo formado por:

(a) alquiletoxisulfatos de fórmula

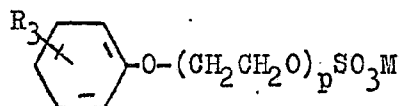


donde  $R_1$  y  $R_2$ , que pueden ser iguales o diferentes, son hidrógeno, alquilo de 1 a 17 átomos de carbono o alqueno de 1 a 17 átomos de carbono, con la condición de que el número medio de átomos de carbono en  $R_1$



es de 10 a 18; p es un número de 0,5 a 5 y M es un metal alcalino o alcalinotérreo;

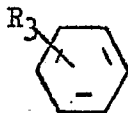
(b) alquifeniletoxisulfatos de fórmula



donde  $R_3$  es alquilo de 4 a 16 átomos de carbono o alqueno de 4 a 16 átomos de carbono, con la condición de

1

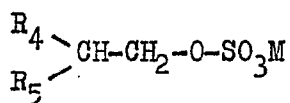
que el número medio de átomos de carbono de



5

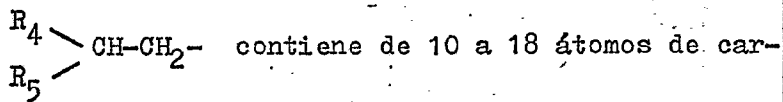
es de 10 a 18 y p y M son los definidos anteriormente;

(c) alquilsulfatos ramificados de fórmula



10

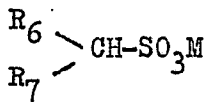
donde R<sub>4</sub> y R<sub>5</sub>, que pueden ser iguales o diferentes, son alquilo de 1 a 15 átomos de carbono o alqueniilo de 1 a 15 átomos de carbono, con la condición de que



15

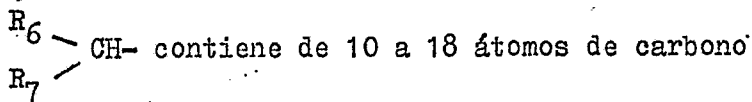
bono y M es el definido anteriormente,

(d) alcanosulfonatos de fórmula



20

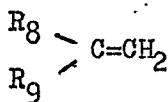
donde R<sub>6</sub> y R<sub>7</sub>, que pueden ser iguales o diferentes, son hidrógeno o alquilo de 1 a 17 átomos de carbono, con la condición de que



y M es el definido anteriormente,

25

(e) sales de sulfonato de vinilidenoolefinas de fórmula

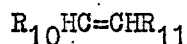


30

donde R<sub>8</sub> y R<sub>9</sub>, que pueden ser iguales o diferentes, son alquilo de 1 a 15 átomos de carbono, con la condición de que el número de átomos de carbono en la molécula

1 de olefina es de 10 a 18 y el catión formador de sal es un metal alcalino o alcalinotérreo,

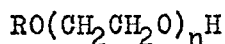
(f) sales de sulfonato de olefinas internas de fórmula



5 donde  $R_{10}$  y  $R_{11}$ , que pueden ser iguales o diferentes, son hidrógeno o alquilo de 1 a 17 átomos de carbono, con la condición de que el número de átomos de carbono en la molécula de olefina es de 10 a 20 y además con la con-  
10 dición de que hasta en el 80 % en peso de las moléculas de olefina uno de los grupos  $R_{10}$  ó  $R_{11}$  puede ser hidrógeno y en el resto de las moléculas de olefina ni  $R_{10}$  ni  $R_{11}$  son hidrógeno y el catión formador de sal es un metal alcalino o alcalinotérreo,

(g) agentes tensoactivos no iónicos del tipo de óxido de etileno con un valor BLH de 8 a 18 y seleccionados entre el  
15 grupo formado por polioxietilen(6 a 12)-alquil( $C_{12}$  a  $C_{18}$ ) o alquenil( $C_{12}$  a  $C_{18}$ )-éteres, polioxietilen(6 a 12)-alquil( $C_6$  a  $C_{10}$ )-fenil-éteres, ésteres de polioxietileno-(8 a 20) y ácidos grasos ( $C_{12}$  a  $C_{18}$ ) saturados o insaturados y ésteres de polioxietilen(4 a 20)sorbitano y  
20 ácidos grasos ( $C_{12}$  a  $C_{18}$ ) saturados o insaturados, y mezclas de los mismos;

II. de 0,2 a 20 % en peso de un agente antiaglutinante de fórmula



25 donde R es alquilo o alquenilo de 12 a 18 átomos de carbono y n es un número de 100 a 300, siendo la relación ponderal de II/I de 10/100 como mínimo o mayor;

30 III. de 0 a 20 % en peso de un segundo agente tensoactivo seleccionado entre el grupo formado por alquilbenceno-

1 sulfonatos donde el grupo alquilo contiene de 10 a 16 átomos de carbono, alquilsulfatos lineales con un promedio de 11 a 18 átomos de carbono,  $\alpha$ -olefinsulfonatos de 10 a 20 átomos de carbono y mezclas de los mismos, y

5 IV. de 10 a 40% en peso de reforzantes detergentes alcalinos inorgánicos, solubles en agua o reforzantes detergente neutros inorgánicos, solubles en agua o reforzantes de detergentes orgánicos solubles en agua o mezclas de los mismos.

10 2) preparar una suspensión detergente mezclando alrededor de 60% en peso de la composición detergente y alrededor de 40% en peso de agua.

3) agitar uniformemente la suspensión o alrededor de 60°C y posteriormente dejarla en reposo.

15 4) inyectar a la suspensión con una bomba de alta presión a una columna de secado de aire caliente, donde la suspensión se atomiza a través de una boquilla para dar un detergente en polvo o granulado con un contenido de agua de alrededor de 10% en peso y una reducida tendencia a la formación de torta o a aglomerarse.

20 2. Un procedimiento según la reivindicación 1, donde la cantidad de componente II es de 1 a 10% en peso y n en el componente II es de 200 a 300.

3. Un procedimiento según la reivindicación 2, donde la cantidad de componente II es de 2 a 6% en peso.

25 4. Un procedimiento según la reivindicación 1, donde la relación ponderal de II/I es de 1/10 a 2/1.

5. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita por :  
UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UNA COMPOSICION DE  
30 TERGENTE GRANULADA O PULVERULENTA.

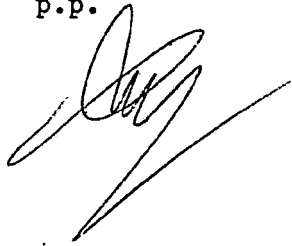
1            Todo conforme queda descrito y reivindicado en la  
presente memoria descriptiva, que consta de veintidos pá  
ginas mecanografiadas.

5

Madrid, 29 Septiembre 1.976

BERNARDO UNGRIA

P.P.



10

15

20

25

30