

IN.-



ESPAÑA

19 ES	11 21	NUMERO 477.350/0	10 A1
	22	FECHA DE PRESENTACION 31.1.1.979	

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES: 31 NUMERO 4052/78	22 FECHA 1-2-1.978	33 PAIS Gran Bretaña
47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL C11D	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
64 TITULO DE LA INVENCION UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UNA COMPOSICION DETERGENTE EN POLVO.		
71 SOLICITANTE (S) UNILEVER NV		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE Burgemeester s'Jacobplein 1, ROTTERDAM, Holanda		
72 INVENTOR (ES) Thomas Taylor, de nacionalidad británica, el cual ha cedido sus derechos a la entidad solicitante.		
73 TITULAR (ES) El mismo solicitante		
74 REPRESENTANTE DON BERNARDO UNGRIA GOIBURU		

1 Esta invención se refiere a la producción de composi-
ciones detergentes en polvo, especialmente a composiciones
de este tipo que son adecuadas para el lavado de la ropa y
que se preparan por técnicas convencionales de preparación
5 de suspensiones y secado por atomización.

Además de los conocidos compuestos activos detergentes
y de los reforzantes de la detergencia que se incorporan co-
rrientemente a las composiciones para el lavado de la ropa,
es práctica muy común agregarles una cantidad de silicato só-
10 dico que actúa fundamentalmente como inhibidor de la corro-
sión y tampón del pH alcalino. El silicato sódico también
puede contrarrestar hasta cierto punto los efectos adversos
de los iones magnesio presentes en las aguas de lavado y
en especial actúa como agente estructurante para mejorar las
15 propiedades del polvo. Por estas razones, en la mayoría de
las composiciones detergentes se encuentra una cantidad de
silicato sódico, habitualmente del orden del 5 al 15 % apro-
ximadamente.

20 Sin embargo, se ha hallado que los beneficios de la
presencia de silicato sódico van acompañados algunas veces
de una interacción perjudicial entre el silicato sódico y
otros ingredientes del detergente. Esto ocurre especialmente
en el caso de las composiciones detergentes que también con-
25 tienen un aluminosilicato sódico como reforzante de la deter-
gencia y esta invención trata de proporcionar una nueva for-
ma de incluir silicato sódico en dichas composiciones deter-
gentes.

30 De acuerdo con esta invención, el procedimiento de pre-
paración de una composición detergente en polvo consiste en
formar una suspensión de detergente que contiene un alumino-

1 silicato sódico como reforzante de la detergencia, en una
vasija mezcladora de suspensiones y secar por atomización la
suspensión a través de una boquilla atomizadora, donde la
solución o suspensión acuosa de silicato sódico se mezcla
5 con la suspensión de detergente en un punto situado entre la
vasija mezcladora de la suspensión y la boquilla atomizadora.
La invención incluye una composición detergente preparada
por dicho procedimiento.

10 Utilizando el procedimiento de esta invención, el tiempo
de contacto entre el silicato sódico y el aluminosilicato
sódico disminuye considerablemente en comparación con el
procesado convencional, sin pérdida de los beneficios de la
adición del silicato sódico. Estos mismos beneficios no pue-
den conseguirse simplemente agregando silicato sódico en
15 polvo a las composiciones detergentes, ya que entonces el
silicato sódico no puede actuar como agente estructurante del
polvo detergente y además el silicato sódico es normalmente
de densidad diferente de la del polvo detergente, lo que
puede dar lugar a problemas de segregación.

20 La cantidad de silicato sódico utilizada en el proce-
dimiento de esta invención puede variar dentro de amplios
límites con el tipo de composición implicada, es decir, des-
de un mínimo de alrededor del 0,1 % hasta aproximadamente
el 50 % del peso de la composición detergente resultante.
25 Normalmente, sin embargo, se utilizan unas cantidades del
orden del 0,5 al 20 % aproximadamente, en especial alrededor
del 1 al 15 %, para los fines convencionales como inhibición
de la corrosión, control del pH y propiedades estructurantes
del polvo. Algunas veces, para conseguir propiedades refor-
zantes de la detergencia complementarias en las composicio-
30

1 nes para el lavado de ropa se utilizan unas cantidades de si-
licato sódico superiores a las citadas, hasta aproximadamen-
te el 40 %. También puede haber presente unas proporciones
5 mayores de silicato cálcico en otros tipos de composiciones
detergentes en polvo, por ejemplo para el lavado de la vajilla o para fines industriales en los que es habitual una gran alcalinidad.

Se observará que, además del silicato sódico agregado mediante el procedimiento de esta invención, es posible incluir algo más de silicato sódico en la suspensión detergente propiamente dicha, especialmente para inhibir la corrosión del equipo donde se prepara la suspensión, pero normalmente no será más de alrededor del 5 % y en especial no más de alrededor del 2 % del peso de la composición resultante a no ser que se deseen unos niveles totales especialmente altos de silicato sódico.

Puede utilizarse cualquier tipo normal de silicato sódico, preferiblemente con una relación de óxido sódico a sílice de 2:1 a 1:4 aproximadamente, por ejemplo silicato sódico alcalino ($\text{Na}_2\text{O}:2\text{SiO}_2$), silicato sódico neutro ($\text{Na}_2\text{O}.3,3\text{SiO}_2$), metasilicato sódico ($\text{Na}_2\text{O}.\text{SiO}_2$) u ortosilicato sódico ($2\text{Na}_2\text{O}.\text{SiO}_2$) o mezclas de los mismos, siendo preferidos los silicatos menos alcalinos ($\text{Na}_2\text{O}.1-4\text{SiO}_2$). Los silicatos sódicos que existen en el mercado se encuentran en soluciones acuosas procedentes directamente de los fabricantes y pueden ser utilizados directamente en el procedimiento de esta invención. También pueden utilizarse suspensiones acuosas de silicato sódico cuando sea conveniente para conseguir una interacción iónica todavía menor en la suspensión detergente. Las soluciones o suspensiones de silicato sódico generalmente presen-

1 tan una concentración del 10 al 70 % en peso aproximadamente, preferiblemente alrededor del 20 al 50 %, como en la mayoría de los productos comerciales.

5 El aluminosilicato sódico utilizado en el procedimiento y en las composiciones de esta invención puede ser amorfo cristalino o una mezcla de ambas formas y puede responder a la fórmula general: $0,8-1,5 \text{ Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 0,8-6 \text{ SiO}_2$. Estos materiales contienen algo de agua de combinación y es necesario que su capacidad de intercambio del ion calcio sea por lo menos alrededor de 50 mg de CaO/g. Los aluminosilicatos de sodio preferidos contienen 1,5-3,5 unidades SiO_2 (en la fórmula anterior) y presentan un tamaño de partícula no mayor de unas 100 micras, preferiblemente no mayor de unas 20 micras. Tanto la forma amorfa como la cristalina de los aluminosilicatos de sodio pueden obtenerse fácilmente por reacción entre silicato sódico y aluminato sódico en solución acuosa, como está descrito ampliamente en la bibliografía.

15
20 Los aluminosilicatos sódicos amorfos adecuados para reforzar la detergencia están descritos, por ejemplo, en la memoria de la patente británica n° 1.473.202. Parece que el silicato sódico interacciona con las partículas amorfas de aluminosilicato sódico inhibiendo las propiedades cambiadoras de ion calcio de este último de manera que todavía no ha sido explicada. El uso del procedimiento de esta invención para la preparación de composiciones detergentes que contienen estos aluminosilicatos de sodio contribuye especialmente a aumentar su capacidad cambiadora de ion calcio, lo que constituye un importante beneficio en el proceso de detergencia.

25
30

1 Otros aluminosilicatos de sodio cristalinos adecuados
como reforzantes de la detergencia por intercambio de ion
están descritos en la memorias de las patentes británicas
5 1.473.201 y 1.429.143. Los aluminosilicatos de sodio prefe-
ridos de este tipo son las conocidas zeolitas A y X comer-
ciales y mezclas de las mismas. Las propiedades cambiadoras
de ion de los aluminosilicatos cristalinos no son gravemente
afectadas por contacto con el silicato sódico pero este últi-
10 mo parece promover la agregación de las partículas de aluminosilicato
sódico, lo que se traduce para el consumidor en una
menor solubilidad de las composiciones y, algunas veces, en
una deposición sobre los tejidos lavados.

 Se ha propuesto antes de ahora agregar silicato sódico
15 a las composiciones detergentes por otros métodos distintos
de la incorporación a una suspensión detergente, por ejemplo
por pulverización de silicato sódico preformado en forma de
polvo directamente en la torre de secado por atomización
adyacente a la boquilla atomizadora de la suspensión, de ma-
20 nera que la suspensión detergente recubra a las partículas
de silicato. Pero en estos procedimientos el silicato sódico
no puede ejercer todo su beneficioso efecto sobre las propie-
dades del polvo ya que no está homogéneamente mezclado con
los otros ingredientes de las partículas. Además, es difícil
25 controlar estos procesos combinados de atomización, especial-
mente en las fases de iniciación y terminación.

 Pueden incorporarse otros ingredientes convencionales
a las composiciones detergentes preparadas por el procedi-
30 miento de esta invención, especialmente tensoactivos deter-
gentes que pueden ser de carácter aniónico, no iónico, anfó-
tero o zwitteriónico, que generalmente se encuentran en pro-

1 porciones comprendidas aproximadamente entre 2 y 60 % en pe-
so y especialmente entre 5 y 40 % del peso de las composi-
ciones. La relación entre la cantidad total de compuesto de-
tergente y la cantidad total de reforzantes debe estar com-
5 prendida generalmente entre 5:1 y 1:10 aproximadamente y en
especial entre 1:1 y 1:5 partes en peso aproximadamente.

Los agentes tensoactivos detergentes adecuados son muy
conocidos y fácilmente asequibles, como puede verse, por
ejemplo, en la obra "Surface Active Agents and Detergents",
10 Volúmenes I y II por Schwartz, Perry & Berch.

Los compuestos detergentes aniónicos sintéticos que
pueden utilizarse son sales metálicas alcalinas, habitual-
mente solubles en agua, de sulfatos y sulfonatos orgánicos
que contienen radicales alquilo de 8 a 22 átomos de carbono,
15 utilizándose el término alquilo para referirse a la porción
alquilo de los radicales acilo superiores. Son ejemplos de
compuestos detergentes aniónicos sintéticos adecuados los
alquilsulfatos de sodio y potasio, especialmente los obte-
nidos por sulfatación de los alcoholes superiores (C_8-C_{18})
20 producidos por reducción de los glicéridos del aceite de
sebo o de coco; alquil(C_9-C_{20})bencenosulfonatos de sodio y
potasio, especialmente (alquil $C_{10}-C_{15}$ secundario lineal)ben-
cenosulfonatos de sodio; alquil-gliceril-éter-sulfatos de
sodio, especialmente los éteres de los alcoholes superiores
25 derivados del aceite de sebo o de coco y los de los alcho-
les sintéticos derivados del petróleo; sales sódicas de sul-
fatos y sulfonatos de monoglicéridos de ácidos grasos del
aceite de coco; sales sódicas y potásicas de los ésteres de
ácido sulfúrico de aductos de alcoholes grasos superiores
30 (C_9-C_{18}) y óxidos de alquileo, especialmente óxido de eti-

1 leno; productos de reacción de ácidos grasos como los ácidos
grasos del coco esterificados con ácido isetiónico y neutra-
lizados con hidróxido sódico; sales sódicas y potásicas de
5 amidas de ácidos grasos de metiltaurina; alcanomonosulfona-
tos como los derivados por reacción de α -olefinas (C_8-C_{20})
con bisulfito sódico y los derivados por reacción de para-
finas con SO_2 y Cl_2 y después hidrólisis con una base para
10 producir un sulfonato estadístico y olefin-sulfonatos, tér-
mino utilizado para describir el producto preparado por reac-
ción de olefinas, especialmente α -olefinas, con SO_3 y des-
pués neutralización e hidrólisis del producto de reacción.

15 También pueden utilizarse compuestos activos detergen-
tes no iónicos, alternativa o adicionalmente. Son ejemplos
de compuestos activos detergentes no iónicos los productos
de reacción de óxidos de alquileo, habitualmente óxido de
20 etileno, con alquil(C_6-C_{22})fenoles, generalmente de 5 a 25
OE, es decir, de 5 a 25 unidades de óxido de etileno por mo-
lécula; los productos de condensación de alcoholes alifáticos
primarios o secundarios (C_8-C_{18}) con óxido de etileno, gene-
ralmente de 6 a 30 OE y los productos preparados por conden-
sación de óxido de etileno con los productos de reacción de
25 óxido de propileno y etilendiamina. Otros compuestos activos
detergentes llamados no iónicos son los óxidos de aminas
terciarias de cadena larga, los óxidos de fosfinas terciarias
de cadena larga y los dialquilsulfóxidos, que son realmente
compuestos semipolares.

30 Pueden utilizarse en las composiciones detergentes mez-
clas de compuestos activos detergentes, por ejemplo compues-
tos aniónicos mixtos o aniónicos y no iónicos mixtos, espe-
cialmente para comunicarle propiedades de espuma controlada.

1 Esto es beneficioso para las composiciones destinadas al
 uso en máquinas lavadoras automáticas que no toleran la es-
 puma.

5 También pueden utilizarse en las composiciones de es-
 ta invención ciertas cantidades de compuestos detergentes
 activos anfóteros o zwitteriónicos pero no conviene normal-
 mente debido al precio de coste relativamente alto. Si se
 utiliza cualquier compuesto activo detergente anfótero o
10 zwitteriónico, especialmente sulfobetainas como propanosulfo-
 nato de hexadecildimetilamonio, es en general en pequeñas
 cantidades y en composiciones a base de los compuestos acti-
 vos detergentes aniónicos y/o no iónicos mucho más corriente-
 mente utilizados.

15 También puede haber presente en las composiciones algo
 de jabón, especialmente en las composiciones de espuma con-
 trolada, junto con mezclas de compuestos detergentes sinté-
 ticos y no iónicos. Estos jabones son las sales de sodio,
 o menos convenientemente potasio, de ácidos grasos C_{12} - C_{22} ,
 especialmente ácidos grasos naturales derivados de los acei-
20 tes de nueces, tal como aceite de coco o aceite de almendra
 de palma, o preferiblemente grasas de la clase del sebo, co-
 mo sebos de buey y cordero, aceite de palma, manteca de cerdo,
 algunas mantecas vegetales y aceite de castor o mezclas de
 los mismos. Se prefieren las mezclas de jabones de la clase
25 del sebo, que son jabones de ácidos grasos predominantemen-
 te C_{14} - C_{20} (principalmente C_{18}) de los que normalmente por
 lo menos alrededor del 40 % son ácidos grasos saturados, jun-
 to con jabones de aceites de nueces, que son jabones de áci-
 dos grasos predominantemente C_{10} - C_{14} (principalmente C_{12}),
30 de los cuales normalmente por lo menos alrededor del 75 %

1 son ácidos grasos saturados. La cantidad de jabón puede va-
riar dentro de amplios límites, desde aproximadamente 0,5 %
a 20 % del peso de la composición, pero normalmente es alre-
5 dedor del 1 al 5 % si están presentes para controlar la es-
puma. Pueden utilizarse cantidades mayores de jabón como
compuesto activo detergente complementario pero la cantidad
de jabón no debe ser incluida en la cantidad de compuesto
activo detergente sintético, ya sea preparado a partir de
10 ácidos grasos naturales o sintéticos.

15 Las composiciones detergentes preparadas de acuerdo
con esta invención pueden contener cualquiera de los aditi-
vos convencionales en las proporciones en las que estos adi-
tivos se emplean normalmente en las composiciones detergen-
tes para el lavado de la ropa. Son ejemplos de estos aditi-
vos los estimulantes de la espuma como las alcanolamidas,
especialmente las monoetanolamidas derivadas de los ácidos
grasos de la almendra de palma y de los ácidos grasos del
coco, los coadyuvantes de la fluidez del polvo como sílices
20 finamente divididas y otros aluminosilicatos, depresores de
la espuma, agentes contra la redeposición como carboximetil-
celulosa sódica, agentes blanqueantes desprendedores de oxí-
geno como perborato sódico y percarbonato sódico, precurso-
res de blanqueantes perácidos, agentes blanqueantes despren-
dedores de cloro como ácido tricloroisocianúrico y sales de meta-
25 les alcalinos de ácido dicloroisocianúrico, agentes suavizan-
tes de los tejidos como arcillas del tipo de la esmectita
e illita, coadyuvantes anti-cenizas, almidones, dispersantes
de la nata jabonosa, sales inorgánicas como sulfato sódico
30 y, habitualmente en cantidades muy pequeñas, agentes fluores-
centes, perfumes, enzimas como proteasas y amilasas, germici-

1 das y colorantes. Además, especialmente en el caso de las
composiciones detergentes de base no iónica, puede ser con-
veniente agregar estabilizantes de la suspensión como co-po-
lietileno-anhídrido maleico y co-poliivinilmetiléter-anhídri-
5 do maleico, habitualmente en forma salina.

Además de los aluminosilicatos de sodio esenciales
como reforzantes de la detergencia que se han mencionado
antes, puede haber presentes otros reforzantes convencionales
de la detergencia como tripolifosfato sódico, pirofosfato
10 sódico, ortofosfato sódico, carboximetiloxisuccinato sódico,
nitrilotriacetato sódico y carbonato sódico.

Las operaciones de preparación de la suspensión y se-
cado por atomización del procedimiento de esta invención
pueden realizarse utilizando el equipo convencional para
este fin, por ejemplo en mezcladoras del tipo de amasado-
15 ra, de paletas o turbo y torres de secado por atomización.
Pueden utilizarse las temperaturas normales para estas ope-
raciones, por ejemplo alrededor de 30 a 100°C, preferible-
mente alrededor de 70 a 90°C para la preparación de la sus-
20 pensión y alrededor de 200 a 450°C para la entrada del gas
secador al proceso de secado por atomización, siendo gene-
ralmente preferidas las temperaturas más altas dentro de es-
tos límites por razones económicas.

La solución o suspensión acuosa de silicato sódico se
mezcla con la suspensión detergente utilizando, a voluntad,
una acción de mezclado baja (es decir, ineficiente) o efi-
ciente y el punto donde se realiza la mezcla también pue-
de encontrarse en cualquier posición entre la vasija mezcla-
25 dora de la suspensión y la boquilla atomizadora. Es preferi-
ble que la suspensión y el silicato sódico estén en contacto
30

1 solamente durante corto tiempo, por ejemplo durante menos
de unos 5 minutos, preferiblemente durante menos de alrede-
dor de 1 minuto, mientras que en las operaciones convenciona-
les los tiempos de contacto pueden ser de 20 minutos o más.

5 En el procedimiento de la invención, generalmente puede tole-
rarse un mezclado eficiente de la suspensión y el silicato
sódico y, en realidad, se prefiere que sea así para obtener
mejores propiedades del polvo. Por esta razón, se utiliza
10 convenientemente una mezcladora estática incorporada a la
línea, por ejemplo diseñada con una cámara turbulenta. Alter-
nativamente, si se requiere el mínimo contacto posible entre
la suspensión detergente y el silicato sódico, es posible
mezclarlos entre sí junto a la boquilla atomizadora o en la
15 propia boquilla, especialmente cuando se utilizan chorros
turbulentos.

Además de retrasar la mezcla del silicato sódico y la
suspensión detergente de acuerdo con la invención, parece
que también puede ser perjudicial el exceso de secado de
20 los polvos detergentes durante el secado por atomización,
además de favorecer la interacción entre el silicato sódico
y otros ingredientes del detergente. Por lo tanto, para con-
seguir los mejores resultados, se ha encontrado que es pre-
ferible evitar un secado excesivo y, en especial, es prefe-
rible que los polvos detergentes contengan agua residual en
25 una proporción de por lo menos alrededor del 10 % y preferi-
blemente alrededor del 12 al 20 % en peso. Esto es especial-
mente beneficioso en el caso de los polvos detergentes que
contienen como reforzante de la detergencia aluminosilicato
sódico amorfo.

30 Después de la operación de secado por atomización, el

1 polvo detergente puede ser secado de nuevo si se desea, por
ejemplo en un lecho fluidificado, después de lo cual pueden
agregársele otros ingredientes de los detergentes, especial-
mente los ingredientes que son termosensibles y no pueden
5 ser fácilmente incorporados a la suspensión sin degradarse
o ser de alguna otra forma perjudicialmente afectados por
el proceso de secado por atomización, por ejemplo los agen-
tes blanqueantes oxigenados como perborato sódico y percar-
bonato sódico, las enzimas y los perfumes.

10 El procedimiento de esta invención es ilustrado median-
te los siguientes ejemplos, donde las partes y porcentajes
se dan en peso salvo indicación en contrario.

EJEMPLO 1

15 Se prepara una suspensión detergente mezclando todos
los ingredientes (excepto el silicato sódico y el perborato
sódico) con agua y después la suspensión se seca por atomi-
zación. Se dosifica una solución de silicato sódico en el
conducto a alta presión situado entre la vasija mezcladora
de la suspensión y las boquillas atomizadoras, utilizando
20 una mezcladora incorporada a la línea tal que el tiempo de
contacto entre el silicato sódico y la suspensión detergente
sea inferior a 30 segundos. Después se agrega al polvo sopla-
do el perborato sódico en partículas.

25 El polvo detergente resultante tiene la siguiente
formulación y las condiciones de secado por atomización
están indicadas a continuación:

<u>Ingredientes</u>	<u>%</u>
alquilbencenosulfonato sódico	7,0
compuesto no iónico etoxilado	4,0
jabón	2,0

30

	Ingredientes	%
1	tripolifosfato sódico	18,0
	aluminosilicato sódico (amorfo)	28,0
	carbonato sódico	2,0
5	silicato sódico ($\text{Na}_2\text{O}:1,6\text{SiO}_2$) (inyectado)	2,0
	sulfato sódico	5,0
	carboximetilcelulosa sódica	1,0
	EDTA y fluorescentes	0,4
	agua	9,0
10	perborato sódico (agregado después de secar por atomización)	25,2
	Temperatura de la suspensión	80°C
	Contenido en agua de la suspensión	55,1 %
	Temperatura de entrada del aire	350°C
15	Temperatura de salida del aire (media)	120°C
	Presión de la boquilla atomizadora (media)	43 atmósferas
	Caudal de la suspensión (media)	12,8 kg/min.
	Caudal de silicato	0,49 kg/min.
	Contenido en humedad del polvo (media) (incluye el agua libre y el agua de cristalización)	16,5 %
20	Densidad aparente del polvo	0,41 kg/l

Se determinaron las propiedades de ablandamiento del agua de este polvo detergente, hallándose que el aluminosilicato sódico todavía presenta buena capacidad cambiadora de ion. En especial, cuando el aluminosilicato sódico se aísla del polvo detergente, se halla que todavía es capaz de ablandar un agua de 30°H a 50°C a menos de 1°H en menos de 1 minuto, lo que supone una retención de más del 97,5 % de su capacidad original de cambio de ion. Cuando se prepara un polvo detergente con la misma formulación pero utilizando técnicas convencionales de secado por atomización, se halla

1 que se produce una intensa desactivación del aluminosilicato
sódico hasta el punto de que las propiedades de ablandamiento
del agua son inadecuadas para uso comercial.

5 Cuando se repite este procedimiento pero el contenido
total de agua en el polvo resultante es inferior al 10 %,
se ha hallado que las propiedades de ablandamiento del agua
del aluminosilicato sódico son todavía superiores a las del
polvo detergente producido convencionalmente pero no tan
buenas como cuando se seca por atomización originalmente
10 hasta un 16 % de agua.

EJEMPLO 2

Se preparan dos polvos detergentes con la misma formula-
ción dada anteriormente. Un polvo (A) se prepara por técni-
cas convencionales con todos los ingredientes excepto el
15 perborato en la suspensión y se seca por atomización y el
otro polvo (B) se prepara por un procedimiento de la inven-
ción en el que el silicato sódico se inyecta en un conduc-
to a alta presión adyacente a la boquilla atomizadora. El
polvo base resultante tiene la siguiente formulación nomi-
20 nal (antes de agregar el perborato y otros aditivos):

<u>Ingredientes</u>	<u>Partes</u>
alquilbencenosulfonato sódico	3,5
sal sódica de sulfato del alcohol de sebo	3,5
alcohol C ₁₄ -C ₁₅ - 11 OE	2,0
25 jabón	4,0
aluminosilicato sódico (zeolita A hidra- tada)	18,0
carboximetilcelulosa sódica	0,6
silicato magnésico	1,0
30 EDTA y fluorescentes	0,42

1	<u>Ingredientes</u>	<u>Partes</u>
	silicato sódico alcalino	4,0
	sulfato sódico	3,76
	agua	5,0

5 Las condiciones de procesado y las propiedades de los polvos respectivos son las siguientes:

	<u>Polvo A</u>	<u>Polvo B</u>	
	Contenido en humedad de la suspensión (% H ₂ O)	52	55
10	Temperatura de entrada	305-335°C	295-308°C
	Temperatura de salida	110-125°C	110-124°C
	Contenido en humedad del polvo (% H ₂ O)	9,2	7,7
	Densidad aparente del polvo	17	16
	Compresibilidad del polvo, %	53	47
15	% de insolubles ¹ , 20°C	12,0	3,4
	40°C	10,1	0,8
	60°C	7,2	0,2

1
20 Medido agitando 5 g de polvo en 500 ml de agua durante 2 minutos, después filtrando a través de un filtro de 120 micras y pesando el residuo seco.

25 Estos resultados demuestran que los polvos detergentes resultantes son generalmente similares en propiedades físicas, salvo que por disolución en agua se encuentra mucha menos materia insoluble en los ensayos sobre la composición detergente (B) preparada de acuerdo con esta invención.

EJEMPLO 3

30 Se preparan cuatro composiciones detergentes de la misma formulación, excepto la cantidad y tipo de silicato sódico agregado y en la forma de esta adición. Todos los polvos

1

5

10

15

20

25

30

contienen 21 % (anhidro) de aluminosilicato sódico amorfo ($\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2,2\text{SiO}_2$) como reforzante de la detergencia. Las condiciones del procedimiento fueron las siguientes:

Polvo A: No se agrega silicato sódico (se utiliza en su lugar una cantidad extra de sulfato sódico).

Polvo B: Se agrega un 2 % de silicato sódico ($\text{Na}_2\text{O} \cdot 1,6\text{SiO}_2$) a la suspensión.

Polvo C: Se agrega 2 % de silicato sódico ($\text{Na}_2\text{O} \cdot 1,6\text{SiO}_2$) por inyección de una solución (al 25 % en peso/peso).

Polvo D: Se agrega 2 % de silicato sódico ($\text{Na}_2\text{O} \cdot 3\text{SiO}_2$) por inyección de una solución (al 19 % en peso/peso).

Los polvos presentan los siguientes grados de intercambio de ion calcio (tiempo necesario para ablandar un agua de 30°H a $3,3^\circ\text{H}$ y a $0,8^\circ\text{H}$) cuando se utilizan a una concentración de 0,25 % (anhidro) a 50°C :

Polvo	(minutos)	
	Hasta $3,3^\circ\text{H}$	Hasta $0,8^\circ\text{H}$
A	0,4	1,2
B	8,3	>10
C	3,6	>10
D	2,7	6,8

Estos resultados demuestran que la incorporación del silicato sódico a la suspensión detergente (Polvo B) inhibe considerablemente las propiedades cambiadoras de ion calcio del aluminosilicato sódico. La inyección de silicato sódico (Polvos C y D) produce mejores propiedades cambiadoras de ion que el Polvo B pero no tan buenas como cuando se omite por completo el silicato (Polvo A). Sin embargo, se observó que el Polvo A presentaba algunas veces propiedades físicas inferiores a las de los Polvos B, C y D, ya que era más

1 blando y más friable como puso de manifiesto un marcado
aumento de la densidad aparente durante el transporte neu-
mático.

5 En resumen, la Patente de Invención que se solicita de-
berá recaer sobre las siguientes:

REIVINDICACIONES

10 1. Un procedimiento para la preparación de una compo-
sición detergente en polvo que comprende las operaciones de
formar una suspensión detergente que contiene un aluminosili-
cato sódico como reforzante de la detergencia, en una vasija
mezcladora de suspensiones y secar por atomización la sus-
pensión a través de una boquilla atomizadora, caracterizado
15 porque se mezcla una solución o suspensión acuosa de silica-
to sódico con la suspensión detergente, en un punto situado
entre la vasija mezcladora de la suspensión y la boquilla
atomizadora.

20 2. Un procedimiento según la Reivindicación 1, caracte-
rizado porque la solución o suspensión de silicato sódico
tiene una concentración del 10 % al 70 % en peso aproxima-
damente.

3. Un procedimiento según la Reivindicación 2, caracte-
rizado porque la concentración de la solución o suspensión
de silicato sódico es alrededor del 20 % al 50 % en peso.

25 4. Un procedimiento según cualquiera de las preceden-
tes reivindicaciones, caracterizado porque la cantidad de
silicato sódico utilizada es alrededor del 0,5 % al 20 %
del peso de la composición.

30 5. Un procedimiento según la Reivindicación 4, caracte-
rizado porque la cantidad de silicato sódico utilizada es
alrededor del 1 % al 15 % del peso de la composición.

1 6. Un procedimiento según cualquiera de las precedentes reivindicaciones, caracterizado porque el silicato sódico utilizado es de fórmula $\text{Na}_2\text{O} \cdot 1-4\text{SiO}_2$.

5 7. Un procedimiento según cualquiera de las precedentes reivindicaciones, caracterizado porque el tiempo de contacto entre la suspensión detergente y la solución o suspensión de silicato sódico es inferior a 5 minutos.

 8. Un procedimiento según la Reivindicación 7, caracterizado porque el tiempo de contacto es inferior a 1 minuto.

10 9. Un procedimiento según cualquiera de las precedentes reivindicaciones, caracterizado porque la solución o suspensión de silicato sódico se mezcla con la suspensión detergente junto a la boquilla rociadora o en la misma.

15 10. Un procedimiento según cualquiera de las precedentes reivindicaciones, caracterizado porque el aluminosilicato sódico es un aluminosilicato sódico amorfo de fórmula $0,8-1,5\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 1,5-3,5\text{SiO}_2$.

20 11. Un procedimiento según cualquiera de las Reivindicaciones 1 a 9, caracterizado porque el aluminosilicato sódico es un aluminosilicato sódico cristalino de fórmula $0,8-1,5\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 1,5-3,5\text{SiO}_2$.

 12. Un procedimiento según la Reivindicación 11, caracterizado porque el aluminosilicato sódico es zeolita A o X o una mezcla de las mismas.

25 13. Un procedimiento según cualquiera de las precedentes reivindicaciones, caracterizado porque el polvo detergente secado por atomización contiene por lo menos alrededor del 10 % en peso de agua residual.

30 14. Un procedimiento según la Reivindicación 13, caracterizado porque el agua residual es alrededor del 12 al

1 20 % en peso.

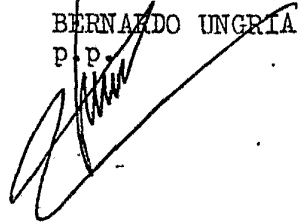
15. Se reivindica por último como objeto sobre el -
que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita:

5 UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UNA COMPOSICION DE-
TERGENTE EN POLVO.

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la pre-
sente memoria descriptiva que consta de veinte páginas me-
canografiadas.

Madrid, 31 de Enero de 1.979.

BERNARDO UNGRIA
P.P.



10

15

20

25

30