



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



① Número de publicación: **2 251 269**

② Número de solicitud: 200202364

⑤ Int. Cl.:
D06F 33/02 (2006.01)
B08B 13/00 (2006.01)

⑫

PATENTE DE INVENCION

B1

⑫ Fecha de presentación: **15.10.2002**

⑬ Fecha de publicación de la solicitud: **16.04.2006**

Fecha de la concesión: **27.06.2007**

⑭ Fecha de anuncio de la concesión: **16.07.2007**

⑮ Fecha de publicación del folleto de la patente:
16.07.2007

⑰ Titular/es: **Universidad de Granada
Cuesta del Hospicio, s/n
18071 Granada, ES**

⑱ Inventor/es: **Jurado Alameda, Encarnación;
Bravo Rodríguez, Vicente;
Bailón Moreno, Rafael;
Núñez Olea, Josefa y
Altmajer Vaz, Deisi**

⑳ Agente: **Herrera Dávila, Álvaro**

② Título: **Método BSF (Baño - Sustrato - Flujo) y dispositivo para la evaluación de la eficacia detergente y dispersante de tensioactivos, de coadyuvantes de la detergencia y de composiciones detergentes de superficies duras.**

③ Resumen:

Método BSF (Baño - Sustrato - Flujo) y dispositivo para la evaluación de la eficacia detergente y dispersante de tensioactivos, de coadyuvantes de la detergencia y de composiciones detergentes de superficies duras con objeto de evaluar la eficacia detergente y dispersante de detergentes de las mismas, caracterizado porque el dispositivo consta de un recipiente que contiene el baño de lavado provisto de termómetro agitador y orificio para la extracción de muestras, una columna de relleno que contendrá el sustrato sucio, una bomba peristáltica un baño de agua termostataizado para asegurar una temperatura constante en todo el sistema y un agitador que homogeneiza el baño de lavado.

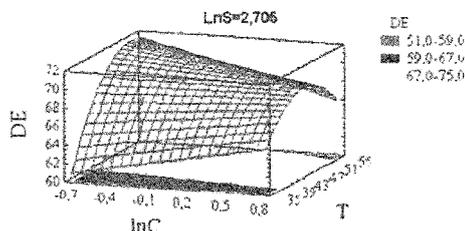


Figura 7

ES 2 251 269 B1

Aviso: Se puede realizar consulta prevista por el art. 37.3.8 LP.

DESCRIPCIÓN

Método BSF (Baño - Sustrato - Flujo) y dispositivo para la evaluación de la eficacia detergente y dispersante de tensioactivos, de coadyuvantes de la detergencia y de composiciones detergentes de superficies duras.

5

Sector de la técnica

10 La presente invención se encuadra en el campo de la Ciencia y de la Tecnología de los tensioactivos y de los detergentes. Dependiendo del tipo de soporte a que se apliquen, los detergentes pueden clasificarse en detergentes textiles y en detergentes para superficies duras. Los detergentes textiles son aquellos que se emplean para lavar y acondicionar ropa y tejidos, mientras que los de superficies duras representan prácticamente el resto de detergentes existentes, siempre y cuando su función principal sea la de limpiar o fregar. Entre los primeros se encuentran los detergentes en polvo y líquidos para uso a mano o con máquina lavadora y de empleo en el hogar o en lavanderías. También pueden incluirse quitamanchas, suavizantes, blanqueantes, productos para dar apresto. Dentro del grupo de los detergentes para superficies duras existen productos lavavajillas de aplicación manual o con máquina, estos últimos con sus auxiliares del enjuagado o abrillantadores; además hay fregasuelos, limpiadores generales, desengrasantes, limpiacristales, multiusos, desincrustantes, decapantes, limpiametales, detergentes para sistemas CIP, etcétera. La naturaleza de las superficies es muy variada: vidrio, cerámica, acero, aluminio, mármol, gres, cuero, o madera; y los objetos que se limpian o friegan también: platos, vasos, cubiertos, azulejos, suelos, sanitarios, ventanas, mesas e, incluso, grandes recipientes industriales, tuberías de proceso, maquinaria, etcétera.

20

25 La presente invención está relacionada con un método, que se denominará BSF (Baño - Sustrato - Flujo) y con un dispositivo, basado en este método, para evaluar la eficacia detergente y dispersante de detergentes para superficies duras. El método de la presente invención es válido para determinar la eficacia detergente de detergentes comerciales con fines de comparación, detergentes en fase de desarrollo como medio de optimización de las formulaciones, tensioactivos individuales para correlacionar su capacidad detergente con su estructura o sus propiedades fisicoquímicas e incluso otros componentes usuales en las formulaciones detergentes, tales como dispersantes (fosfatos, fosfonatos, polímeros acrílicos y maléicos, etcétera) o enzimas, especialmente proteasas, lipasas y amilasas. Igualmente es apropiado para evaluar cinéticas detergentes.

30

35 El método BSF y el dispositivo pueden, por tanto, emplearse con todo tipo de limpiadores que no sean textiles, por lo que su campo de aplicación es muy extenso. No obstante, y preferentemente, está indicado para detergentes para el lavado de la vajilla, la cubertería y el menaje, así como para la limpieza de circuitos en la industria agroalimentaria y en todos aquellos casos en que la superficie que se limpia esté de alguna forma en contacto con un baño de lavado mediante proyección, chorros u otros sistemas.

35

Antecedentes en el estado de la técnica

40 El fenómeno de la detergencia es difícil de evaluar, ya que depende de multitud de variables que, en la mayoría de los casos, son difíciles de controlar o de medir. Los ensayos pueden clasificarse en tres grupos: ensayos de laboratorio, evaluaciones prácticas y evaluaciones del consumidor. Si lo que se pretende es evaluar un producto comercial, dichos tipos de ensayos deberán realizarse de manera sucesiva.

40

45 Así, los ensayos de laboratorio deben intentar reproducir dentro de lo que cabe las condiciones de un lavado real. Además, deben detectar cuales son las variables verdaderamente significativas, medirlas con precisión y controlarlas correctamente. Si se cumplen estas condiciones, los ensayos de laboratorio son muy útiles para la investigación previa de la eficacia de una formulación detergente establecida sobre un determinado tipo de suciedad o una nueva formulación.

45

50 Las etapas que deben realizarse son básicamente las siguientes:

a) Elección del sustrato y de la suciedad.

b) Aplicación de la suciedad al sustrato de la manera más reproducible posible.

55

c) Lavar el sustrato mediante el contacto con un baño de lavado, controlando las condiciones experimentales.

d) Retirar el sustrato del baño o viceversa y analizar cuánta suciedad se ha retirado de éste o cuánta ha pasado al baño de lavado.

60

Para evaluar el estado de la técnica haremos primero un recorrido por los principales dispositivos de laboratorio y de evaluación práctica presentes en el mercado.

65 Los ensayos en el laboratorio deben realizarse necesariamente con aparatos diseñados al efecto y empleando metodologías precisas y discriminantes. En el caso de evaluaciones prácticas, se recurre al empleo de máquinas comerciales, prefiriéndose las de menor tamaño y más fácil manejo.

ES 2 251 269 B1

Así, se pone de manifiesto que la detergencia textil es la que dispone de un mayor arsenal de medios para evaluar la capacidad detergente de un detergente.

Uno de los dispositivos más populares es el Launder-Ometer. Consiste en un baño termostático en el que giran, alrededor de un eje, unos frascos de vidrio o de metal que contienen muestras de tejido ensuciado, solución detergente y bolas de goma o de metal que ejercen la acción mecánica. Permite realizar hasta veinte ensayos simultáneos controlando temperatura y velocidad de rotación.

Otro dispositivo es el Terg-o-Tometer, consistente en un baño termostático en cuyo interior se colocan cuatro recipientes de acero inoxidable de dos litros de capacidad y en cada uno de ellos hay un agitador que realiza un movimiento de vaivén, el baño de lavado y el tejido.

El Deter-Meter consiste en un cilindro de acero con sus bases cerradas por dos mallas metálicas y con capacidad de oscilar a lo largo de su eje vertical. El tejido ensuciado se introduce en el cilindro y ambos en un recipiente termostático que contiene el baño de lavado.

El Linitest es una versión más reducida del Launder-Ometer, teniendo la posibilidad de elegir dos velocidades de agitación.

Así mismo las lavadoras comerciales se emplean en evaluaciones prácticas y en este caso los ensayos son totalmente reales, aunque el control del proceso de lavado es más limitado.

Estos dispositivos citados son muy populares, ya que se aconseja su uso en varios métodos de ensayo de detergencia normalizados, tales como los ofrecidos por la American Society for Testing and Materials (ASTM) o la International Organization for Standardization (ISO), con sus equivalentes españoles de Una Norma Española (UNE). A continuación en la tabla 1 se muestran ejemplos de ensayos normalizados para detergencia textil.

TABLA 1

Ejemplos de ensayos normalizados para detergencia textil

Organización	Código Método	Título Método Ensayo
ASTM	D 4008	Standard Test Method for Measuring Anti-Soil Deposition Properties of Laundry Detergents (Not suitable for Detergent Ranking)
ASTM	D 2960	Standard Test Method for Controlled Laundering Test Using Naturally Soiled Fabrics and Household Appliances
ASTM	D 3050	Standard Guide for Measuring Soil Removal from Soiled Fabrics (Not suitable for Detergent Ranking)
ASTM	D 4265	Standard Guide for Evaluating Stain Removal Performance in Home Laundering
ISO	4312	Surface active agents - Evaluation of certain effects of laundering - Methods of analysis and test for unsoiled cotton control cloth
ISO	4319	Surface active agents - Detergents for washing fabrics - Guide for comparative testing of performance
UNE	55827:1992 (Equivalente a ISO 4312)	Agentes de superficie. Control de ciertos efectos del lavado. Métodos de análisis y de ensayo para un tejido de algodón testigo no ensuciado. (Confirmada por AENOR en febrero de 2001)
UNE	55800:1985 (Equivalente a ISO 4319)	Agentes de superficie. Detergentes para el lavado de ropa. Directrices para ensayos comparativos de eficacia (Confirmada por AENOR en noviembre de 1999)

Además, estos dispositivos, en combinación con los métodos citados en la tabla 1, permiten realizar ensayos de lavado en condiciones repetitivas y simulan bien el lavado con una máquina lavadora. En cambio, presentan un inconveniente: no permiten obtener parámetros sobre la cinética del equilibrio suciedad/baño de lavado. Además sólo sirven para evaluar el poder detergente de detergentes textiles.

ES 2 251 269 B1

Para evaluar detergentes de superficies duras se dispone también de algunos dispositivos específicos. Para el caso de limpiadores de suelos o de paredes lavables, se dispone del BYK-Gardner Mechanical Drive, un dispositivo consistente en una regleta que puede desplazarse mediante dos motores en paralelo con velocidad y presión constantes sobre una superficie rígida. Sirve tanto para extender homogéneamente una suciedad, como para aplicar una solución limpiadora con una esponja. La superficie así limpiada puede ser evaluada mediante un análisis de su reflectancia, de su brillo o por simple valoración visual. Este sistema no permite realizar ensayos a temperaturas distintas a la ambiental.

En cambio, en el caso de los ensayos dirigidos a detergentes lavavajillas de aplicación con máquina, no existen métodos ni dispositivos de laboratorio y sólo se realizan evaluaciones prácticas: simplemente se aconseja el empleo de una o varias máquinas comerciales de pequeño tamaño y realizar lotes de lavados sucesivos. La falta de métodos de laboratorio impide que se puedan realizar simulaciones del sistema de fregado con control de todas las variables que intervienen: tipo y concentración de detergente y suciedad, naturaleza de la superficie, temperatura y acción mecánica. Además sería deseable la posibilidad de poder seguir la cinética del proceso de fregado, desde su inicio, hasta el establecimiento del equilibrio.

Para detergentes lavavajillas manuales tampoco hay métodos ni dispositivos de laboratorio, por lo que las normas tan solo aconsejan proceder a lavar directamente platos a mano, realizándose una valoración de cuántos platos pueden lavarse aproximadamente con una cantidad de detergente determinada. Evidentemente el control de las variables y la precisión de los resultados dejan mucho que desear.

De forma genérica para superficies duras se suele recurrir a métodos muy elementales, consistente el más sencillo en ensuciar una pequeña plaquita del material en estudio y sumergirla, lentamente, en un baño de lavado, dejando la mitad fuera y la otra mitad dentro. Transcurrido un tiempo se vuelve a sacar y se evalúa la capacidad detergente comprobando las diferencias entre las dos mitades. La inmersión se recomienda realizarla suavemente mediante el empleo de un pequeño motor eléctrico para conseguir una adecuada reproducibilidad (DIMOV, N.K.; AHMED, E.H.; ALARGOVA, R.G.; KRALCHEVSKI, P.A.; DURBT,P.; BROZZ, 25 G.; MEHRETEAB,A. (2000). Deposition of soil drops on an glass substrate in relation to the process of washing, *Journal of Colloid and Interface and Science*, vol. 224. p. 116-125).

Otro método consiste en introducir completamente la plaquita ensuciada dentro de un recipiente con el baño detergente en agitación. Aquí se evalúa además la acción mecánica.

Similar al anterior es el método del disco rotativo, consistente en hacer girar un disco de Teflón® ensuciado dentro de un recipiente conteniendo una disolución limpiadora. Mediante un método analítico adecuado aplicado al baño de lavado se determina el efecto detergente. Igualmente se pueden hacer estudios microfotográficos sobre la superficie del disco (BEAUDOIN, S.P. *et al*; 1995a), (BEAUDOIN, S.P. *et al*; 1995b) y (KABIN, J.A. *et al*; 1998).

Para el caso de limpiadores que se aplican mediante pistola pulverizadora, recientemente se ha presentado un dispositivo consistente en un pulverizador rotatorio que proyecta la solución detergente sobre pequeñas plaquitas manchadas. El líquido que cae se recoge y se analiza la suciedad recuperada. Entre los resultados encontrados, resulta muy llamativo encontrar los óptimos de detergencia a concentraciones de tensioactivo hasta más de 100 veces superiores a la concentración micelar crítica (CMC), lo que entra en contradicción con todo lo publicado anteriormente, que cifra los óptimos de limpieza alrededor de la CMC (RULAND, A; KANL R.D.; NÖRENBERG, R. (2002). New spray-cleaning equipment for testing the efficiency in clearing processes. 33 Jornadas del Comité Español de la Detergencia, p. 107-118).

Estos métodos presentan el problema de que la superficie tratada es de dimensiones muy reducidas y la evaluación de la detergencia puede ser dificultosa. Además y como se va a demostrar más adelante, no simulan exactamente el funcionamiento de lavado de las máquinas empleadas en superficies duras (lavavajillas, túneles de lavado, fregadoras de suelos, etcétera)

En la tabla 2 se muestran algunos ensayos normalizados que emplean los métodos de evaluación de la detergencia citados.

TABLA 2

Ejemplos de ensayos normalizados para detergencia de superficies duras

Organización	Código Método	Título Método
ASTM	D 3556	Standard Test Method for Deposition on Glassware During Mechanical Dishwashing
ASTM	D 3565	Standard Test Method for Tableware Pattern Removal by Mechanical Dishwasher Detergents.

ES 2 251 269 B1

TABLA 2 (continuación)

Organización	Código Método	Título Método	
5	ASTM	D 5343	Standard Guide for Evaluating Cleaning Performance of Ceramic Tile Cleaners
	ASTM	D 6215	Standard Guide for Removal of Oily Soils from Metal Surfaces
10	ASTM	D 4488	Standard Guide for Testing Cleaning Performance of Products Intended for Use on Resilient Flooring and Washable Walls
	ISO	4198	Surface active agents - Detergents for hand dishwashing - Guide for comparative testing of performance
15	ISO	7535	Surface active agents - Detergents for domestic machine dishwashing - Guide for comparative testing of performance
	UNE	55829:1986 (Equivalente a ISO 4198)	Agentes de superficie. Detergentes para el lavado de vajillas a mano. Directrices para ensayos comparativos de evaluación de eficacia (Confirmada por AENOR en febrero de 2001)
20	UNE	55828:1986 (Equivalente a ISO 7535:1984)	Agentes de superficie. Detergentes para el lavado de vajillas a máquina. Directrices para ensayos comparativos de evaluación de eficacia (Confirmada por AENOR en febrero de 2001)
25			

30 Una vez mostrado los principales dispositivos de laboratorio y de evaluación práctica presentes en el mercado y al objeto de identificar el estado de la técnica en su totalidad respecto al contenido de la presente invención se incluyen también los principales métodos presentes en el mercado para la medida de la detergencia.

35 Tras el proceso de lavado o fregado, es imprescindible evaluar el resultado lo deteritivo determinando bien la suciedad retenida en la superficie o bien la suciedad que ha pasado al baño de lavado. Los métodos empleados pueden clasificarse en ópticos, gravimétricos, análisis por radiotrazas y otros tipos.

40 Entre los métodos ópticos se incluye el de la observación visual y valoración de si la superficie está o no está suficientemente limpia. Evidentemente es un método muy poco preciso y muy subjetivo, produciéndose a veces grandes diferencias entre observadores distintos. Las observaciones dependen mucho de la clase de luz que incide sobre el sustrato ensuciado, del ángulo de iluminación y del de observación. Para obtener resultados reproducibles se emplean escalas de grises normalizadas sobre fotografías de la superficie y mediante la valoración de jurados especialmente entrenados. A pesar de sus desventajas es necesario en casos en que otros métodos son excesivamente complejos o cuando se desea valorar aspectos que no detectan otros sistemas, tal como texturas, distribuciones desiguales de suciedad o suciedades poco perceptibles a aparatos ópticos.

Los métodos espectrofotométricos son los más empleados en detergencia textil, midiéndose normalmente la reflectancia del tejido lavado mediante filtros triestímulo. En otras ocasiones se recurre a medir la luz transmitida por el sustrato o incluso, la luz transmitida por el baño de lavado.

50 Los métodos gravimétricos consisten en determinar directamente o indirectamente el contenido de suciedad sobre la superficie o en el baño de lavado. Puede llevarse a cabo por diferencias de pesada o bien mediante extracción con disolventes orgánicos y posterior análisis del extracto. Los disolventes más usados son el éter de petróleo, el hexano, el cloroformo y las mezclas benceno-metanol o cloroformo-metanol. Una vez desecado el extracto, se puede recurrir a su análisis mediante pesada, colorimetría, cromatografía, espectroscopia de infrarrojo, o cualquier método analítico adecuado a la suciedad en estudio. Para el caso de suciedades particuladas de 1 micra a 120 micras, se puede recurrir al empleo de un Coulter-Counter®.

60 La evaluación de la detergencia mediante radiotrazas se basa en la utilización de suciedades marcadas con isótopos radioactivos. En este caso se mide la suciedad que queda en el sustrato o que pasa al baño de lavado mediante un contador de centelleo. En algunos casos puede interesar incluso marcar los tensioactivos. La gran ventaja del análisis de radiotrazas es la precisión de las medidas a bajos niveles de suciedad.

65 Otros métodos de evaluación de la detergencia consisten en el empleo de técnicas de fluorimetría - rayos X, análisis microscópico, elipsometría, etcétera.

Objeto de la invención

Con la presente invención se aporta, respecto al estado de la técnica, un método y dispositivo para la evaluación de la eficacia detergente y dispersante de tensioactivos, de coadyuvantes de la detergencia y de composiciones detergentes de superficies duras basado en la separación baño-sustrato totalmente novedoso respecto de cualquier otro sistema anteriormente propuesto, simulando además multitud de sistemas de limpieza mecanizados en los que también ocurre este fenómeno de separación (máquinas lavavajillas, limpiadoras de suelo, sistemas CIP industriales etc.). Así, a diferencia del lavado textil en el que los tejidos se sumergen completamente en la solución limpiadora, manteniéndose siempre un contacto completo sustrato-baño debido a la inmersión, con la presente invención la disolución limpiadora y el sustrato que se desea lavar se mantienen separados, produciéndose el contacto por flujo y no por inmersión.

La separación baño sustrato permite además analizar y controlar el proceso detergente en función del tiempo mediante la toma de muestras continuas en el baño de lavado.

El empleo de una gran superficie para el sustrato permite emplear grandes cantidades de suciedad en un sistema compacto y de pequeñas dimensiones, mejorándose además enormemente la precisión del método analítico empleado para evaluar la detergencia.

La naturaleza del sustrato puede ser cualquiera con la condición de que sea suficientemente sólida, y no se hace restricción en cuanto al tipo de suciedad que se puede emplear, aunque se obtienen mejores resultados con suciedades de tipo alimentario, y entre ellas preferentemente lípidos, hidratos de carbono, proteínas y colorantes de alimentos.

Es, por tanto, una nueva metodología que incluye un dispositivo para la evaluación de la eficacia detergente de formulaciones que pueden ser aplicadas para la limpieza de superficies duras y que cubre un amplio abanico de necesidades de evaluación en el mundo de la detergencia e igualmente es posible la construcción de dispositivos, basados en los principios de la metodología empleada que pueden ser normalizados y comercializados para su uso en la industria de la detergencia y en centros de investigación.

Explicación de la invención

La invención consiste en un método para evaluar la capacidad detergente, así como un dispositivo para llevar a cabo dicho método. El método de la presente invención, método BSF (Baño-Sustrato-Flujo), simula procesos de limpieza habituales como pueden ser lavavajillas, máquinas fregadoras de suelos o sistemas de limpieza de circuitos industriales "sistemas CIP", por lo que puede ser utilizado para evaluar la eficacia detergente de formulaciones detergentes para estos sistemas de lavado.

El método BSF consta de los siguientes pasos:

- a) Se divide la superficie o sustrato a lavar en pequeños trozos, de cualquier forma, pero preferentemente en formas geométricas perfectamente definidas.
- b) La suciedad se aplica uniformemente mezclándola vigorosamente con los trozos de sustrato y recurriendo a la aplicación de calor si fuese necesario para fluidificarla y homogeneizarla.
- c) Se rellena la columna o recipiente con el sustrato así ensuciado para proceder al lavado.
- d) Se colocan la disolución limpiadora y el sustrato en recipientes separados.
- e) Se realiza el lavado mediante un sistema de impulsión en el que la disolución limpiadora se va poniendo en contacto con el sustrato, ésta arrastra parte de la suciedad y el licor resultante se devuelve al recipiente con el resto del baño de lavado donde se homogeneiza e inicia de nuevo el ciclo, llevándose a cabo el lavado mediante un proceso cíclico y continuo.
- f) La evaluación de la detergencia se puede llevar a cabo indistintamente sobre los restos de suciedad que quedan en el sustrato o a partir de la suciedad que pasa al baño de lavado, aunque es preferible el análisis del baño de lavado.

El dispositivo mediante el que se realiza en lavado mencionado en e) comprendería un baño de lavado provisto de mezclador, un sistema de impulsión cualquiera y una columna o recipiente que contiene el sustrato dividido según se especifica en a). Tanto el baño de lavado como la columna de relleno deben disponer de un sistema de control de temperatura, siendo conveniente además que las pérdidas caloríficas en las conducciones se minimicen al máximo. Igualmente se debe disponer de un control de flujo en el sistema.

Es muy útil dividir la superficie o sustrato a lavar en pequeños trozos, de cualquier forma, pero preferentemente en formas geométricas perfectamente definidas y más preferentemente en forma de esferas, cubos, cilindros, prismas, tubos o anillos, ya que de esta manera es posible determinar más fácilmente el área total expuesta al proceso de lavado. El empleo de una gran superficie permite emplear grandes cantidades de suciedad en un sistema compacto y

ES 2 251 269 B1

de pequeñas dimensiones, mejorándose además enormemente la precisión del método analítico empleado para evaluar la detergencia.

5 A la hora de ensuciar la superficie, la suciedad se puede aplicar uniformemente de forma muy sencilla mezclándola vigorosamente con los trozos de sustrato por aplicación de calor si es necesario. Por ejemplo, se puede introducir sustrato y suciedad en un recipiente cerrado y proceder a agitarlo en todas direcciones con una estrategia prefijada. Una vez realizada esta operación y si se desea, tras un proceso de envejecimiento, se rellena la columna o recipiente con el sustrato así ensuciado para proceder al lavado tal como se describe en e) y f).

10 No se hace restricción en cuanto al tipo de suciedad que se puede emplear, aunque se obtienen mejores resultados con suciedades de tipo alimentario, y entre ellas preferentemente lípidos, hidratos de carbono, proteínas y colorantes, preferentemente estos últimos de café y té. Igualmente son posibles otros tipos de suciedades usuales en vasos y copas como carmín de labios o suciedades presentes en suelos, especialmente del tipo hidrocarburo o partículas de arcilla, calizas, óxidos, etcétera.

15 La disolución limpiadora y el sustrato que se desea lavar se mantienen en recipientes separados, produciéndose el contacto por flujo y no por inmersión.

20 La evaluación de la detergencia se puede llevar a cabo indistintamente sobre los restos de suciedad que quedan en el sustrato o a partir de la suciedad que pasa al baño de lavado, aunque es preferible el análisis del baño de lavado. El método analítico empleado puede ser cualquiera de los usualmente empleados en otros métodos de evaluación de capacidad detergiva y citados más arriba, a excepción de los métodos ópticos de apreciación visual o mediante reflectancia sobre la superficie. En cambio pueden ser preferibles otros muchos métodos no usuales y que ahora son aplicables debido a la mayor cantidad de suciedad que se puede poner en juego en el ensayo de lavado por el substancial incremento del área del sustrato. A título de ejemplo es posible determinar suciedades oleosas mediante valoración de 25 ácidos grasos con álcali o mediante saponificación de ésteres. Los almidones se pueden determinar mediante análisis específicos y las proteínas mediante determinación de nitrógeno total, entre otras técnicas. En general, la evaluación de la detergencia se puede realizar bien tomando muestras del baño de lavado o bien disponiendo de un sistema de medición y registro de una variable físico-química relacionada con la detergencia. Esta última opción permite hacer 30 un fácil seguimiento dinámico del proceso detergivo.

35 Se comprueba, por ejemplo, cómo las máquinas lavavajillas se comportan como un sistema con separación baño-sustrato. Estos aparatos, tanto industriales como domésticos, constan, a grandes rasgos, de un depósito inferior que contiene el baño de lavado, y un sistema de espas giratorias que lanza la disolución detergente contra la vajilla, dispuesta en la parte superior dentro de una cesta.

40 Este sistema de limpieza consiste, por tanto, en crear un flujo ascendente y descendente simultáneos entre el baño de lavado y el sustrato que se lava, estando ambos separados físicamente. Además, como es el caso de las máquinas destinadas a la hostelería, con prácticamente el mismo baño de lavado se friegan sucesivas cargas de vajilla, por lo que la suciedad y superficie total tratadas son muy elevadas. El fregado se complementa con un aclarado final con agua y un auxiliar de enjuagado o abrillantador. La cinética del proceso detergivo tendrá, aparte de la influencia del detergente y la temperatura, una componente debida al tiempo que se invierte en lanzar la solución limpiadora sobre el sustrato y la caída subsiguiente de ésta, con parte de la suciedad extraída, sobre el baño. Los métodos de laboratorio basados en la rotación de discos sumergidos en el baño de lavado o los basados en introducir en una plaquita de sustrato en un 45 recipiente agitado no son capaces de evaluar este comportamiento dinámico que presentan en la realidad las máquinas lavavajillas y otros dispositivos que se comentan a continuación.

50 Otro ejemplo de separación sustrato-baño y contacto mediante flujo para el fregado de grandes superficies sería la máquina fregadora de suelos que a diferencia del lavavajillas debe estar en movimiento para que el fregado se produzca, manteniéndose quieto el sustrato. Básicamente, las fregadoras constan de un vehículo con ruedas, con un depósito que contiene el baño de lavado, unos cepillos giratorios que se empapan con la solución limpiadora y que restriegan el suelo y en la parte posterior un sistema de aspiración del líquido depositado en el suelo y que contiene la suciedad eliminada. Este líquido aspirado retorna de nuevo al depósito con el baño de lavado. Como se ve, aquí hay también separación baño-sustrato y el flujo se lleva a cabo mediante inyección y aspiración posterior.

55 Por último, otro caso interesante sería la limpieza de un circuito industrial. El circuito puede ser cualquier instalación, aunque preferentemente suele ser de tipo agroalimentario: sistemas de ordeñado automático de vacas y cabras, instalaciones de tratamiento de la leche, fabricación de cerveza, bebidas gaseosas, etcétera. En todos estos casos, se prepara en un depósito una solución limpiadora y se hace pasar a continuación repetidas veces por toda la instalación, lavándose tanto tuberías como aparatos intermedios. Aquí, el flujo del líquido limpiador en vez de ser exterior como 60 en los otros ejemplos, es interior, pero el fundamento es el mismo: Una gran superficie que lavar, separación baño-suciedad y contacto mediante flujo.

65 Como se acaba de mostrar, el método de la presente invención es de gran utilidad para la simulación en laboratorio de numerosos sistemas reales de limpieza de superficies duras.

Descripción de una realización preferida

El método propuesto puede aplicarse para estudios dinámicos de detergencia o para la evaluación de eficacias de-
 5 tersivas de componentes de detergentes, tales como tensioactivos o dispersante así como de formulaciones detergentes
 completas.

En todos los casos, la aplicación del método BSF se lleva a cabo en un dispositivo, ilustrado en la Figura 1,
 que consta de un recipiente (1) que contiene el baño de lavado, una columna de relleno (2), una bomba peristáltica
 10 (3), un baño de agua termostatzado para asegurar una temperatura constante en todo el sistema y un agitador (5)
 que homogeniza el baño de lavado. Este dispositivo junto con el método empleado puede ser normalizado para la
 evaluación de la eficacia detergiva de distintas formulaciones lo que serviría como patrón de comparación para los
 diferentes productos que se lanzan al mercado para limpieza de superficies duras.

El recipiente (1) dispone de tres tubuladuras: por la primera se puede introducir un termómetro (17) con el que
 15 comprobar la temperatura exacta del baño de lavado; por la segunda entra la conducción (8) que, procedente de la
 columna de relleno, devuelve el baño de lavado al recipiente mezclador; por la tercera se introduce el agitador (5) que
 mantiene perfectamente homogéneo el baño de lavado y finalmente, por la cuarta es posible introducir una pipeta para
 extraer muestras para analizar. El baño de lavado sale por la parte inferior a través de la conducción (6), llegando a la
 20 bomba peristáltica que lo impulsa por (7) hasta la columna y finalmente vuelve otra vez por (8), cerrándose el ciclo.
 Además, el recipiente (1), que contiene el baño de lavado, está encamisado (16) para asegurar que la temperatura sea
 constante, disponiendo para ello de una entrada para la conducción (10) y una salida hacia la conducción (11), por las
 que circula el agua caliente del baño termostatzado (4).

La columna de relleno (2) contiene el sustrato sucio (13) en forma de bolitas, cubos, etcétera, encontrándose
 25 sustentado por un soporte agujereado en la parte inferior (15) y otro en la parte superior (14). La columna también
 está encamisada (12), pasando por el interior de la camisa agua de calefacción procedente del baño termostatzado (4)
 a través de la conducción (9) y saliendo hacia el recipiente mezclador (1) por la conducción (10).

La función de la bomba peristáltica (3) es asegurar que se produce la circulación del baño de lavado por el sistema
 30 con un caudal adecuado y perfectamente regulado.

Un dispositivo como el descrito ha sido el empleado para aplicar el método BSF de la presente invención. La forma
 de aplicación, así como los resultados obtenidos, se describen en las siguientes secciones.

35 *Evaluación dinámica de la detergencia*

Ensayo 1

40 *Capacidad para el establecimiento de modelos*

Mediante el método BSF de la presente invención es posible estudiar la dinámica de lavado y establecer modelos
 matemáticos adecuados. Es aplicable a tensioactivos, a formulaciones detergentes en desarrollo, a coadyuvantes y a
 formulaciones completas.

45 De acuerdo con (DIMOV, N.K.; AHMED, E.H.; ALARGOVA, R.G.; KRALCHEVSKI, P.A.; DURBT,P; BROZZ,
 G.; MEHRETEAB, A. (2000). Deposition of soil drops on an glass substrate in relation to the process of washing,
Journal of Colloid and Interfase and Science, vol. 224, p. 116-125). El proceso de eliminación de suciedad grasa del
 sustrato es un proceso no-espontáneo en el que la adición de detergente reduce la cantidad de energía necesaria para
 la eliminación del depósito grasa. Asimismo, una vez transferido al seno del baño de lavado, la grasa se distribuye
 50 en gotas finamente divididas que a su vez, pueden volver a depositarse en las superficies, de modo que la eficacia del
 lavado está determinada por la competencia que se establece entre la capacidad de eliminación y la redeposición de la
 suciedad. Además de estos dos procesos, mencionan la importancia de tener en cuenta la influencia de las condiciones
 hidrodinámicas en el lavado.

55 Si consideramos que el baño y el sustrato están separados, es posible representar el proceso de flujo de la suciedad
 que pasa de la superficie, S, al baño de lavado, B, y viceversa, según el esquema siguiente:



65 donde k1 representa la constante cinética del proceso dirigido hacia el baño de lavado y k2 la constante cinética del
 proceso inverso. Con este esquema no se pretende representar un equilibrio termodinámico lavado-redeposición puro,
 sino la tendencia a que llegue la suciedad al baño (incluye el efecto de la detergencia más el efecto hidrodinámico)

ES 2 251 269 B1

y el efecto contrario de permanencia de la suciedad en el sustrato (incluye por tanto el efecto de la redeposición más el efecto hidrodinámico del sistema). Si admitimos que ambos procesos contrapuestos son de primer orden respecto a la masa de suciedad que hay tanto en el sustrato como en el baño de lavado, la expresión diferencial del modelo propuesto sería la siguiente:

5

$$\frac{dm_B}{dt} = k_1 m_s - k_2 m_B \quad \text{Ec. 1}$$

10

donde m_s y m_B son las masas presentes en cada momento sobre el sustrato y en el baño de lavado respectivamente. Integrando la ecuación anterior se llega a la siguiente expresión del modelo cinético:

15

$$De = De_{\max}(1 - e^{-(k_1+k_2)t}) \quad \text{Ec. 2}$$

20

donde De es la detergencia expresada como cociente entre la masa de suciedad que permanece en el baño de lavado y la masa total de suciedad que hay en el sistema. Por otra parte De_{\max} es la detergencia que se alcanza a un tiempo infinito en las condiciones del ensayo 50.275% en este caso, y que viene dada, además, por la expresión siguiente:

25

$$De_{\max} = \frac{k_1}{k_1 + k_2} \quad \text{Ec. 3}$$

30

Reordenando la ecuación 2 del modelo, se llega a la ecuación 4 que es linealizable, por lo que por una simple regresión lineal es posible determinar los parámetros cinéticos k_1 y k_2 para un De_{\max} dado.

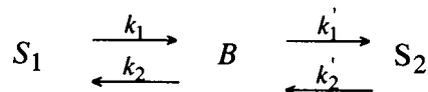
35

$$\frac{De_{\max} - De}{De_{\max}} = e^{-(k_1+k_2)t} \quad \text{Ec. 4}$$

40

Si se considera que el fenómeno de la redeposición es posible, además de en la superficie del sustrato puesto en la columna de relleno (S_1), en el resto de las superficies (S_2) que conforman el dispositivo (conducciones y mezclador), el modelo se expresaría entonces de la siguiente forma:

45



50

que proporcionaría una expresión cinética compleja pero que podría servir para interpretar diferentes mecanismos de lavado dependiendo de las condiciones experimentales llevadas a cabo.

55

En el método BSF se emplea una superficie sucia disponible en la columna de relleno muy superior al resto de las superficies del sistema, con lo que el segundo término del equilibrio puede llegar a ser despreciable si se desea y estar en el caso del modelo más sencillo representado por las ecuaciones 1 y 2. De esta forma los valores experimentales se interpretan de forma más cómoda y clara.

60

En la tabla 3 se muestran los parámetros de lavado del ensayo 1, mientras que en la tabla 4 se muestran los resultados obtenidos de detergencia bajo las condiciones de la tabla 3. Este ensayo es un ejemplo en que el detergente está formado tan solo por dos dispersantes de suciedad comerciales, Cellesh 100 y Cellesh 200, de Kao Corporation, S.A., sin la concurrencia de tensioactivos. La detergencia es por tanto debida al efecto dispersante de estos coadyuvantes comerciales. Para cada tiempo se hicieron 3 medidas, encontrándose el error típico que también se especifica en la tabla 4.

65

ES 2 251 269 B1

TABLA 3

Condiciones de lavado del ensayo 1

5 10 15 20	<p>Condiciones de lavado</p> <p>0,5 g/l de Cellesh 100 0,5 g/l de Cellesh 200 300 mg/l dureza como CaCO₃ 64,6 g de esferas de vidrio T = 45°C Suciedad = 15 g/l Tipo suciedad: Mezcla de 26% de Edenor LLSM GS (Formado por 48,4% ácido esteárico, 50% de ácido palmítico y otros) y de 74% de ácido oléico pH inicial lavado = 8 Caudal = 30 l/h Volumen baño lavado = 500 ml</p>
Evaluación Detergencia	Valoración ácido-base de la cantidad de ácidos grasos presentes en el baño de lavado, según la técnica normalizada de medición de índices de acidez

TABLA 4

Resultados de lavado para el ensayo 1

Tiempo, t (min)	De media	Error típico
0,00	0	0
0,25	30,27	2,46
0,50	44,80	1,32
0,75	48,43	2,48
1,00	49,64	1,27
1,25	52,06	1,34
3,00	52,98	2,46

Mediante regresión, se han ajustado estos valores al modelo expresado por la ecuación (2) con ayuda de la ecuación linealizable (4). Se han obtenido los valores de los coeficientes cinéticos k_1 y k_2 que se muestran en la tabla 5. Es de destacar el valor tan bueno del coeficiente de determinación, que implica un excelente comportamiento del dispositivo de la presente invención, así como su capacidad de ajustar los valores empíricos a modelos teóricos.

TABLA 5

Parámetros cinéticos y coeficiente de determinación

k_1	2,195
k_2	2,171
R^2	0,9986

En la tabla 6 se comparan los valores experimentales con los calculados. Se observa una buena concordancia entre ellos.

ES 2 251 269 B1

En el gráfico superior de la figura 2 se representan gráficamente los valores empíricos con su correspondiente error típico, así como el trazado de la curva obtenida con el modelo que se ha ajustado. Mientras que en gráfico inferior de la figura 2 se representan igualmente los valores calculados frente a los experimentales, encontrándose una relación lineal perfecta.

Todos estos análisis demuestran que el método BSF y el dispositivo empleado son adecuados para seguir cinéticas de lavado y ajustar los valores empíricos obtenidos a modelos teóricos.

TABLA 6

Valores calculados de detergencia frente a los experimentales

Tiempo, t	De	De calc.
0	0,00	0,00
0,25	30,27	33,40
0,5	44,80	44,61
0,75	48,43	48,37
1	49,64	49,64
1,25	50,06	50,06
3	52,83	50,27

Ensayo 2

Influencia del caudal

Es indudable que la acción mecánica es quizás el factor más determinante en un proceso de lavado. Esta acción puede ser establecida y alterada en el método BSF de la presente invención modificando el caudal con que fluye el baño de lavado, desde su reservorio, hasta la columna de relleno, donde se encuentra el sustrato sucio. Si el dispositivo y el método son adecuados, variaciones de caudal deben conducir a variaciones significativas de detergencia.

Para comprobar esta influencia se ha realizado el ensayo 2. Se ha empleado como detergente una mezcla tensioactiva comercial denominada BEROL LFG 61, de la casa Akzo Nobel, aconsejada para limpiezas CIP y para detergentes de máquinas lavavajillas. La suciedad estaba formada por ácido oleico, determinándose éste en el baño de lavado mediante extracción de muestras a diversos tiempos y valoración ácido-base posterior. La temperatura del proceso de lavado fue de 40°C y una dureza cálcica de 0 mg/l. Se ha realizado el ensayo a dos caudales distintos de valor 36 l/h y 72 l/h respectivamente. Para un volumen de baño de lavado de 300 ml, se pusieron exactamente 17,153 g de suciedad para el caudal menor y de 16,184 g para el caudal mayor. En la figura 3 se representan los resultados obtenidos.

Se observa claramente cómo un mayor caudal (mayor acción mecánica) conduce a una mayor detergencia: Duplicar el caudal provoca la duplicación del efecto lavante. Se comprueba también que no sólo se modifica la Demax, sino que ésta se consigue antes a caudales altos que a caudales bajos (menos de 1 minuto y 2-3 minutos respectivamente). Es obvio que para realizar ensayos de lavado en los que se pueda observar con claridad la influencia de otras variables, deberá ser necesario emplear caudales bajos de circulación del baño.

Igualmente este ensayo demuestra que el método BSF de la presente invención, así como un dispositivo basado en ella, es capaz de evaluar adecuadamente la influencia de la acción mecánica en los procesos de lavado.

Ensayo 3

Influencia de la agitación en el baño de lavado

De acuerdo con el esquema del método BSF descrito en la presente memoria y el dispositivo empleado en la figura 1, el baño de lavado puede estar o no agitado. En el caso en que la agitación sea nula o muy baja, es de esperar que parte de la suciedad que llega a este recipiente procedente de la columna de relleno se redeposite en sus paredes, por lo que la suciedad libre presente en el baño sufrirá un ligero descenso. En cambio, una buena agitación producirá una fuerte acción mecánica en estas paredes y la suciedad presente en el baño apenas se redepositará.

Estas dos posibilidades permiten estudiar dos tipos de casos reales. Cuando no hay agitación, o esta es muy pequeña, se estará simulando el caso, por ejemplo, de las máquinas fregadoras de suelos, en las que no hay una buena

ES 2 251 269 B1

mezcla en el recipiente de reserva de la máquina. En cambio, en el caso de las máquinas lavavajillas, el sistema con agitación será más adecuado. En los sistemas de limpieza de circuitos industriales, dependiendo de si hay o no buena agitación en el recipiente de mezcla, se estará en un caso o en otro.

5 Para comprobar este efecto y el grado de sensibilidad que posee el método BSF frente a este fenómeno, se ha realizado el ensayo 3. Se ha procedido a lavar tan solo con agua destilada, para evitar el efecto antiredepositante de ciertos
10 detergentes y componentes de detergentes que nos enmascararían en cierta medida el fenómeno. Las condiciones han sido las siguientes: temperatura de 40°C, caudal de 60 l/h, 17,374 g de suciedad y 480 ml de baño de lavado. En un experimento se ha agitado con una velocidad angular de 150 r.p.m. y en el otro la agitación ha sido inexistente (No obstante siempre hay un grado de mezcla apreciable debido a la propia hidrodinámica del sistema). En la figura 4 se muestran los resultados obtenidos. Cuando hay agitación, se llega al máximo de detergencia y ésta permanece aproximadamente constante. En cambio, cuando no hay agitación, una vez alcanzado el máximo, los valores de suciedad detectados en el baño de lavado van disminuyendo progresivamente por efecto de la redeposición en las paredes del recipiente del baño.

15 Este ensayo permite demostrar que el sistema BSF de la presente invención, y los dispositivos basados en él, son capaces de detectar cambios en la hidrodinámica del sistema de lavado y por tanto adaptarse adecuadamente al tipo de máquina de lavar real que se desea simular.

20 Ensayo 4

Influencia de la temperatura

25 Otra variable de enorme interés en detergencia es la temperatura. El método BSF y los dispositivos basados en él deben necesariamente ser sensibles a pequeñas variaciones de temperatura. En este sentido se ha realizado el ensayo 4, donde la temperatura es el único elemento que varía. Las condiciones en que se ha realizado el ensayo son las siguientes: Caudal de 50 l/h, empleo de agua destilada como baño de lavado y ausencia de agitación.

30 En la figura 5 se muestran los resultados obtenidos a 40°C y a 50°C, observándose cómo la detergencia es sensiblemente más elevada a 50°C. Con este ensayo se confirma también cómo el método y el dispositivo de la presente invención son también adecuados para poner de manifiesto esta variable.

Evaluación multivariante de la detergencia

35 La capacidad detergente, tal como se ha podido comprobar, depende de numerosos factores. Si se deseara, por tanto, encontrar una formulación de un detergente que consiga la máxima eficacia de lavado, supondría llevar a cabo un número importante de experimentos donde se modifiquen todas las variables que afectan al proceso, como son las ya analizadas de caudal, agitación y temperatura y otras como tipo y cantidad de suciedad, tipo y disposición del sustrato, composición del baño de lavado (concentración y tipo de tensioactivos y coadyuvantes), etcétera. Para minimizar esta enorme cantidad de experimentos es recomendable emplear técnicas de diseño experimental del tipo Compuesto Central Circunscrito (CCC).

40 El diseño de experimentos mediante CCC consiste en estimar un punto central de coordenadas x_1, x_2, \dots, x_n próximo al óptimo. Este punto es la media aritmética de dos valores extremos a izquierda y a derecha de cada variable denominados -1, +1 y otros 2 puntos más alejados denominados $-\alpha, +\alpha$. Esto implica para cada variable realizar 5 niveles distintos $-\alpha, +1, 0, +1, +\alpha$ pero eligiendo las combinaciones que cumplan el diseño geométrico establecido. El valor de α depende del nº de variables, k, del experimento, y se calcula a partir de la expresión:

$$50 \quad \alpha = (2^k)^{\frac{1}{4}} \quad \text{Ec. 5}$$

siendo $\alpha = 1.68$ para el caso de utilizar tres variables ($k = 3$).

55 Por tanto, para cada diseño de experimentos es necesario fijar un conjunto de variables y estructurar la matriz de experimentos correspondiente según el diseño geométrico elegido.

Los resultados obtenidos pueden ajustarse a un modelo de superficie de respuesta (MSR) mediante una expresión polinomial de segundo grado de la forma:

$$60 \quad De = b_0 + \sum b_i X_i + \sum \sum b_{ij} X_i X_j + \sum b_{ii} X_i^2 + e \quad \text{Ec. 6}$$

65 donde De, es la capacidad detergente, y x_i los factores o variables con los que queremos correlacionarla. La expresión contiene un término de primer grado que representa una relación lineal considerada como principal, otro término en el que se cruzan variables y que representa la influencia de unas sobre las otras y por último un término de segundo grado que matiza lo anterior y que permite obtener máximos y mínimos, es decir, valores óptimos de la variable dependiente. Los símbolos $b_0, b_i, b_{i,j}$ son constantes y e un término de error o residuo entre el valor observado y el calculado.

ES 2 251 269 B1

Los valores experimentales se ajustan a la ecuación anterior mediante regresión polinomial y pueden emplearse los estadísticos usuales para determinar la bondad del ajuste.

5 Partiendo de estas premisas es posible emplear el método BSF de la presente invención para realizar un análisis multivariante, sea cual sea su complejidad, con una matriz de experimentos muy pequeña y con resultados satisfactorios. Sin ninguna duda, esta estrategia es muy útil cuando se deseen diseñar formulaciones detergentes con la capacidad detergente optimizada, o bien como medio de comparación, en situaciones muy dispares, de varias composiciones detergentes en ensayo o comerciales.

10 Ensayo 5

Determinación de la eficacia detergente de Berol LFG 61

15 Este ensayo se ha llevado a cabo mediante un diseño CCC de tres variables, empleando como agente detergente un producto habitual en la limpieza CIP: Berol LFG 61 de Akzo Nobel, siendo la suciedad ácido oleico. Las variables han sido temperatura, logaritmo neperiano de la carga de suciedad y logaritmo neperiano de la concentración de detergente. Se han mantenido constantes el resto de variables, siendo el caudal de 45 l/h, la agitación de 300 r.p.m. y una dureza cálcica nula. Los resultados obtenidos de detergencia son los que se muestran en la tabla 7.

20

TABLA 7

Diseño CCC para la determinación de la eficacia detergente de Berol LFG 61

25

EXPERIMENTOS CON BEROL LFG61 Y ÁCIDO OLÉICO											
EXPERI- MENTO	NIVELES CODIFICADOS			VALORES REALES			VALORES TRANSFORMADOS			De % obs.	De % calc.
	lnS	lnC	T	lnS	lnC	T	S (g/l)	C (g/l)	T °C		
1	-1,00	1,00	1,00	2,30	0,69	55,0	10,0	2,0	55,0	48,65	50,29
2	-1,00	-1,00	1,00	2,30	-0,69	55,0	10,0	0,5	55,0	47,59	45,12
3	-1,00	-1,00	-1,00	2,30	-0,69	35,0	10,0	0,5	35,0	32,08	32,32
4	1,00	-1,00	-1,00	3,11	-0,69	35,0	22,4	0,5	35,0	86,67	86,27
5	1,00	-1,00	1,00	3,11	-0,69	55,0	22,4	0,5	55,0	97,74	94,31
6	-1,00	1,00	-1,00	2,30	0,69	35,0	10,0	2,0	35,0	41,36	46,03
7	1,00	1,00	1,00	3,11	0,69	55,0	22,4	2,0	55,0	78,44	79,43
8	1,00	1,00	-1,00	3,11	0,69	35,0	22,4	2,0	35,0	76,23	79,93
9	- α	0,00	0,00	2,02	0,00	45,0	7,6	1,0	45,0	32,02	29,94
10	α	0,00	0,00	3,39	0,00	45,0	29,6	1,0	45,0	99,97	100,20
11	0,00	- α	0,00	2,70	-1,16	45,0	15,0	0,3	45,0	65,80	69,64
12	0,00	α	0,00	2,70	1,16	45,0	15,0	3,2	45,0	74,97	68,87
13	0,00	0,00	- α	2,70	0,00	28,2	15,0	1,0	28,2	58,05	53,51
14	0,00	0,00	α	2,70	0,00	61,8	15,0	1,0	61,8	61,57	63,89
15	0,00	0,00	0,00	2,70	0,00	45,0	15,0	1,0	45,0	72,38	69,40
16	0,00	0,00	0,00	2,70	0,00	45,0	15,0	1,0	45,0	70,81	69,40
17	0,00	0,00	0,00	2,70	0,00	45,0	15,0	1,0	45,0	65,49	69,40

60

Tras una regresión polinomial, la detergencia se ha ajusta a la superficie de respuesta dada por la ecuación 7:

$$De = - 267,016 + 117,425LnS + 61,9972LnC + 4,5143T$$

65

$$- 9,78087(LnS)^2 - 0,1097(LnC)^2 - 0,0379107T^2$$

Ec. 7

$$- 17,9281LnSLnC - 0,30942TLnC - 0,293827TLnS$$

ES 2 251 269 B1

siendo el coeficiente de determinación, $R^2 = 0,975$, notablemente alto teniendo en cuenta que se manejan tres variables simultáneamente. El error absoluto medio se ha estimado y es de tan solo un 1,45%. En la tabla 7 se muestran también los valores observados y los calculados de la detergencia, comprobándose que hay una buena concordancia. Estos valores se han representado en la figura 6, confirmándose la adecuación del modelo de superficie de respuesta al fenómeno analizado.

A partir de la ecuación 7 es posible ahora estudiar la importancia y peso de cada variable puesta en juego y predecir el comportamiento del Berol LFG 61 en diversas circunstancias de limpieza. A título de ejemplo, en la figura 7 se muestra, para una cantidad fija de suciedad, el comportamiento detergente del Berol LFG 61 frente a la variación de la concentración de detergente y de la temperatura. Es interesante comprobar que esta mezcla tensioactiva presenta un máximo de eficacia a temperaturas cercanas a los 45°C. Valores superiores de temperatura empeoran el resultado de la limpieza. También se observa que en el rango estudiado, un exceso de detergente no mejora, e incluso empeora, el resultado detergente.

15 Conclusiones de evaluación de resultados obtenidos

Por todo lo expuesto, se concluye que el método Baño - Sustrato - Flujo, BSF, de la presente invención, es adecuado para la determinación de la eficacia detergente y dispersante de tensioactivos, de coadyuvantes de la detergencia y de composiciones detergentes de superficies duras.

20 Descripción de las figuras

Con objeto de presentar una realización de la invención se presentan a continuación una figura en las que se representa de un modo práctico la realización de la invención:

• Figura (1): Dispositivo para la evaluación de la eficacia detergente y dispersante de tensioactivos, de coadyuvantes de la detergencia y de composiciones detergentes de superficies duras.

En dicha figura, los elementos numerados se relacionan a continuación:

- 30 (1): Recipiente con baño de lavado
- (2): Columna de relleno
- 35 (3): Bomba peristáltica
- (4): Baño termostático
- 40 (5): Agitador
- (6): Conducción 1
- (7): Conducción 2
- 45 (8): Conducción 3
- (9): Conducción 4
- 50 (10): Conducción 5
- (11): Conducción 6
- (12): Camisa de columna de relleno
- 55 (13): Sustrato sucio
- (14): Soporte superior de columna de relleno
- (15): Soporte inferior de columna de relleno
- 60 (16): Camisa de baño de lavado
- (17): Termómetro
- 65 (18): Tubular para la toma de muestras

ES 2 251 269 B1

• Figura (2): Resultados de ensayo 1, en los que t indica el tiempo en minutos y De la detergencia en %. En a) se muestran los valores de detergencia en función del tiempo y en b) los resultados de la regresión realizada entre en la detergencia experimental (De_1) y la detergencia calculada (De_2)

5 • Figura (3): Resultados de ensayo 2, en los que t indica el tiempo en minutos y De la detergencia en %. Los puntos son los valores a un caudal de 72 l/h y los cuadrados son los valores a un caudal de 36 l/h.

10 • Figura (4): Resultados de ensayo 3, en los que t indica el tiempo en minutos y De la detergencia en %. Los puntos son los valores sin agitación en el baño de lavado y los cuadrados son los valores con agitación en el baño de lavado.

• Figura (5): Resultados de ensayo 4, en los que t indica el tiempo en minutos y De la detergencia en %. Los puntos son los valores a una temperatura de 50°C y los cuadrados son los valores a una temperatura de 40°C.

15 • Figura (6): Resultados de ensayo 5, representando la detergencia experimental (De_1) y la detergencia calculada (De_2) del modelo de superficie de respuesta.

• Figura (7): Evaluación multivariante en ensayo 5, donde De es la detergencia expresada en %, $\ln C$ es el logaritmo natural de la concentración de detergente en g/l y T la temperatura en °C.

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

ES 2 251 269 B1

REIVINDICACIONES

5 1. Método para la evaluación de la eficacia detergente y dispersante de tensioactivos de coadyuvantes de la detergencia y de formulaciones detergentes de superficies duras que comprende los siguientes pasos:

- a) Disponer la solución limpiadora y la superficie a limpiar (sustrato) en contenedores totalmente separados
- b) Llevar a cabo un proceso cíclico de lavado en el que el contacto entre la solución limpiadora con las fases:
 - 10 i) Impulsión del baño de lavado a través del sustrato ensuciado que está dispuesto como relleno en una columna
 - ii) Retorno del líquido de lavado resultante al contenedor de la solución limpiadora
- 15 c) Medir la cantidad de suciedad que queda en el baño de lavado.

20 2. Método para la evaluación de la eficacia detergente y dispersante de tensioactivos de coadyuvantes de la detergencia y de formulaciones detergentes de superficies duras, según reivindicación 1 **caracterizado** por utilizar sustratos de reducido tamaño con formas esféricas, cilíndricas, toroidales, tubulares o prismáticas.

3. Dispositivo para aplicar el método según reivindicaciones anteriores que comprende

- 25 a. Un recipiente termostatzado (4) capaz de contener el baño de lavado y provisto de un sistema que permita variar su temperatura.
- b. Un recipiente encamisado (1)
- c. Una columna de relleno (2) que almacena el sustrato ensuciado.
- 30 d. Una bomba peristáltica (3) de presión regulable
- e. Termómetro que permite medir la temperatura del baño contenido en (1)
- 35 f. Un agitador (5) que permita mover el líquido contenido en (1)
- g. Un sistema de conducción que permite el flujo cíclico entre (1) y (2).

40

45

50

55

60

65

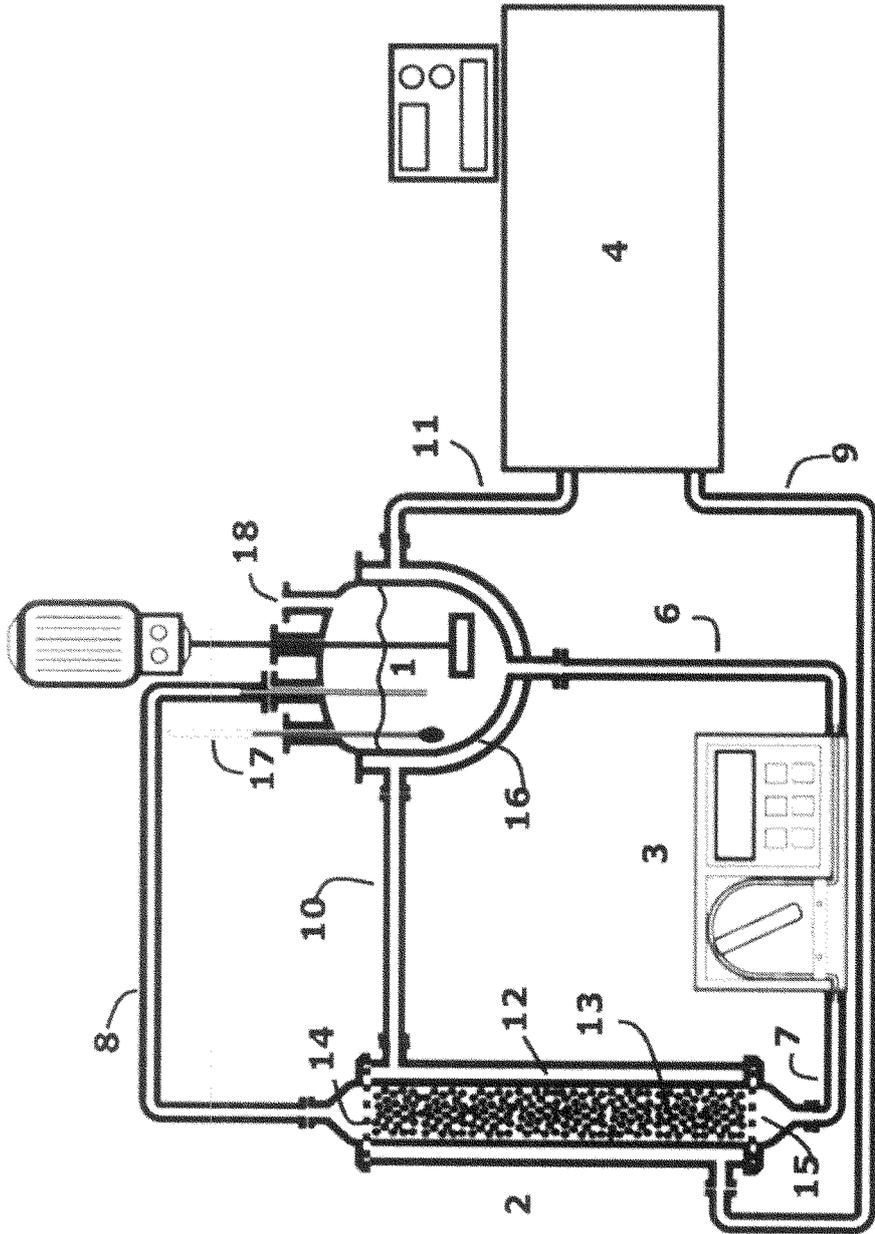
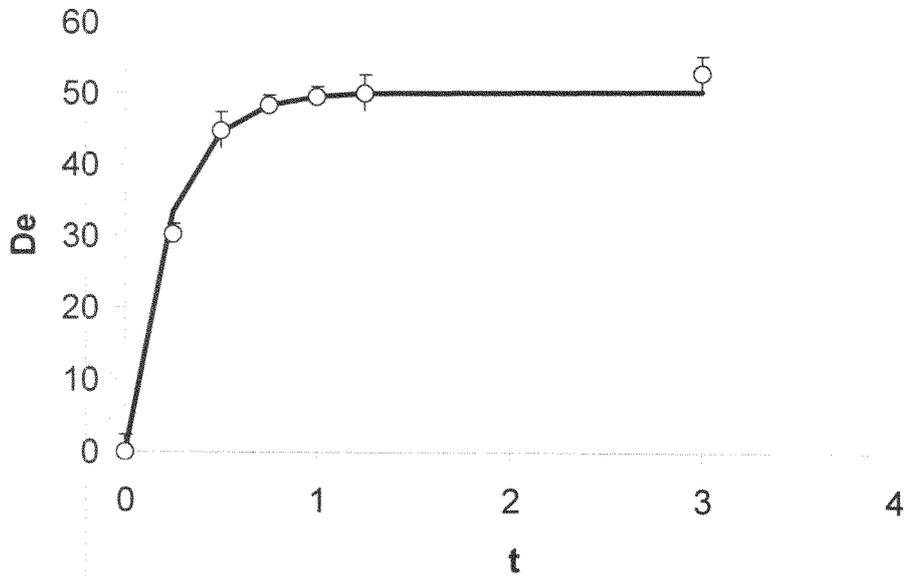
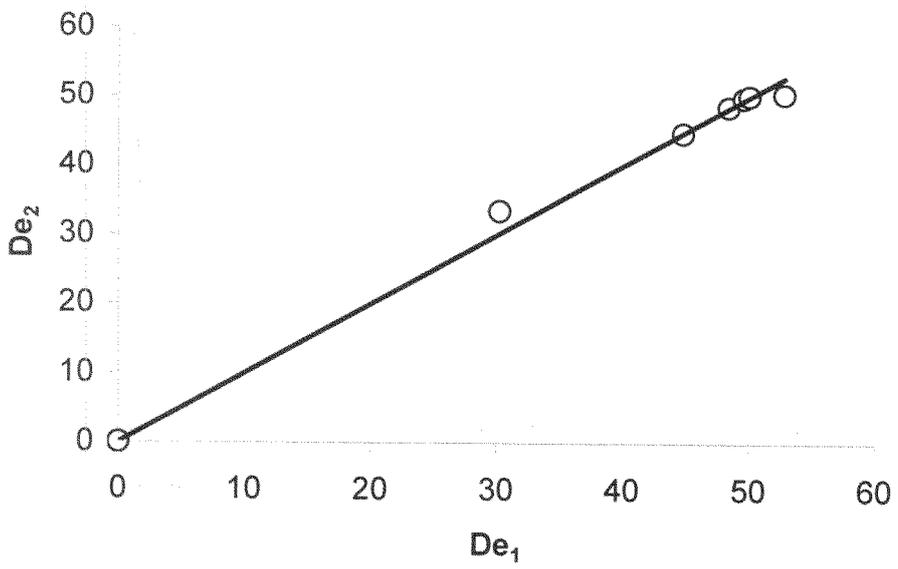


Figura 1



a)



b)

Figura 2

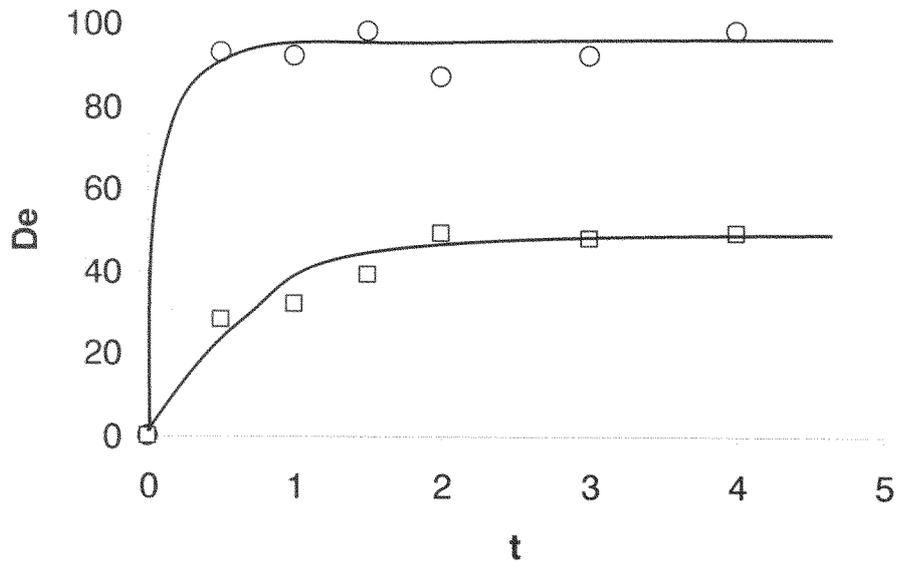


Figura 3

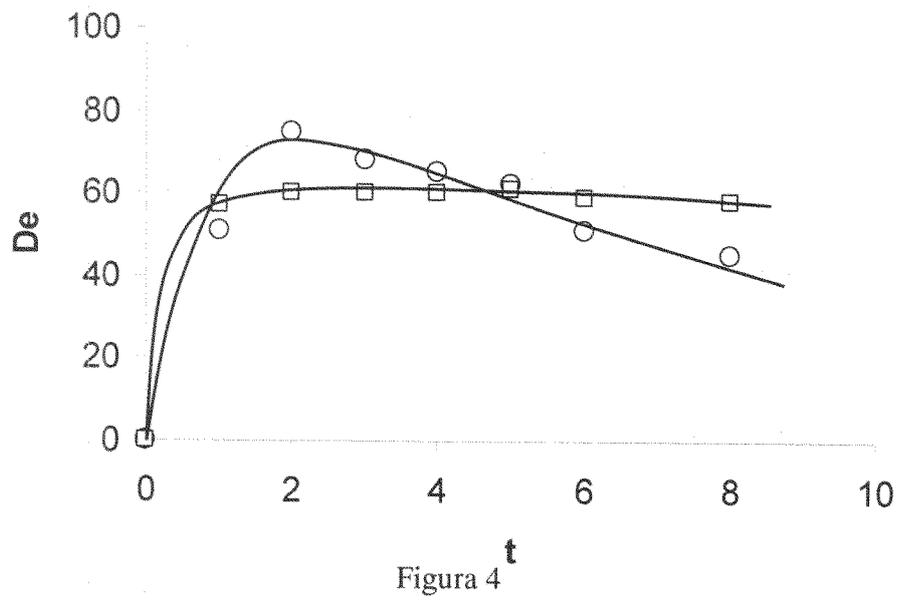


Figura 4

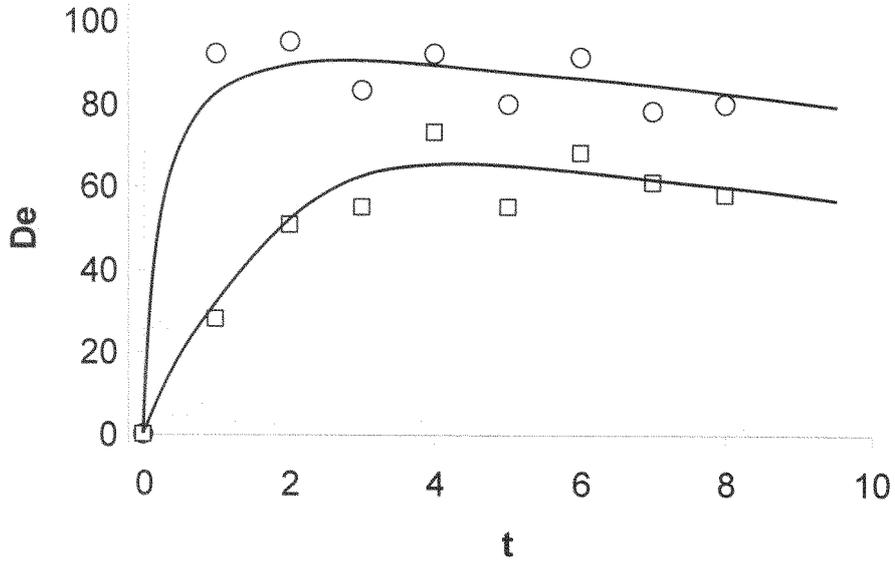


Figura 5

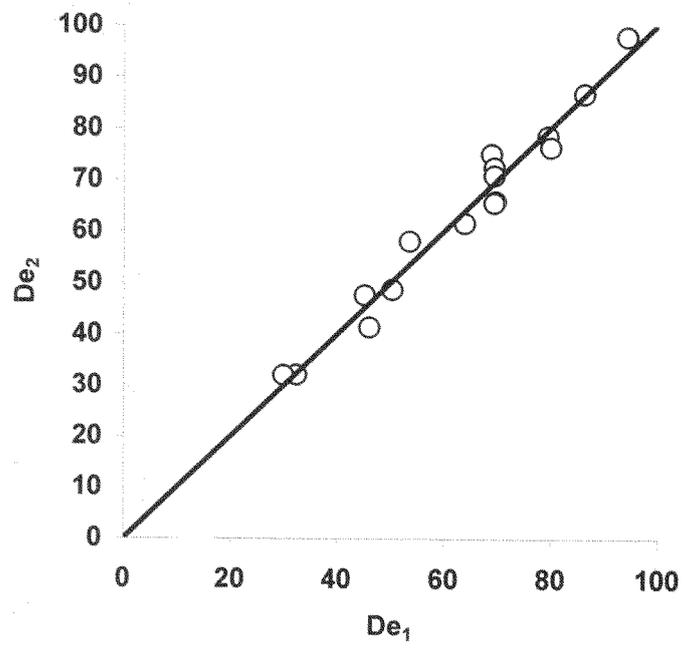


Figura 6

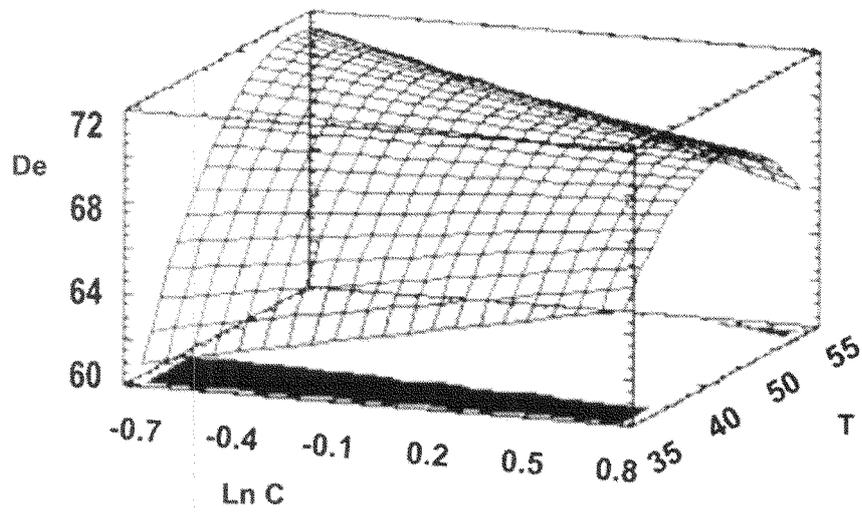


Figura 7



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

① ES 2 251 269

② Nº de solicitud: 200202364

③ Fecha de presentación de la solicitud: 15.10.2002

④ Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TÉCNICA

⑤ Int. Cl.: **D06F 33/02** (2006.01)
B08B 13/00 (2006.01)

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
X	US 20010033805 A1 (JACOBS et alii) 25.10.2001, todo el documento.	1,3
Y		2
Y	DE 20108346 U1 (PEREG GMBH) 27.09.2001, todo el documento.	2
Y	JP 7255984 A (SUGA TEST INSTRUMENTS) 09.10.1995, todo el documento.	1-3
Y	US 5923432 A (KRAL) 13.07.1999, todo el documento.	1-3
A	US 5928948 A (MALCHESKY) 27.07.1999, todo el documento.	1-3

Categoría de los documentos citados

X: de particular relevancia

Y: de particular relevancia combinado con otro/s de la misma categoría

A: refleja el estado de la técnica

O: referido a divulgación no escrita

P: publicado entre la fecha de prioridad y la de presentación de la solicitud

E: documento anterior, pero publicado después de la fecha de presentación de la solicitud

El presente informe ha sido realizado

para todas las reivindicaciones

para las reivindicaciones nº:

Fecha de realización del informe
16.03.2006

Examinador
M. Fluvà Rodríguez

Página
1/1