(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 299 220**

(51) Int. Cl.:
C11D 17/06 (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(86) Número de solicitud europea: **98959155 .7**
(86) Fecha de presentación : **10.12.1998**
(87) Número de publicación de la solicitud: **0969082**
(87) Fecha de publicación de la solicitud: **05.01.2000**

(54) Título: **Partículas de detergente.**

(30) Prioridad: **10.12.1997 JP 9-340016**
22.06.1998 JP 10-175211

(45) Fecha de publicación de la mención BOPI:
16.05.2008

(45) Fecha de la publicación del folleto de la patente:
16.05.2008

(73) Titular/es: **KAO CORPORATION**
14-10, Nihonbashi Kayaba-cho 1-chome
Chuo-ku, Tokyo 103-8210, JP

(72) Inventor/es: **Kubota, Teruo;**
Takaya, Hitoshi;
Yamaguchi, Shu;
Yamashita, Hiroyuki y
Takana, Shuji

(74) Agente: **Arias Sanz, Juan**

ES 2 299 220 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Partículas de detergente.

Campo técnico

La presente invención se refiere a partículas de detergente que tienen disolubilidad de alta velocidad y a un método para preparar las mismas, y a una composición detergente que comprende las partículas de detergente.

Técnica anterior

Recientemente, con el fin de satisfacer la necesidad de los consumidores de "terminar rápidamente el lavado de la ropa", las lavadoras disponibles comercialmente tienen la tendencia de tener grandes volúmenes, es decir pueden realizar grandes cantidades de lavado de ropa de una vez, y hay un modo de ciclo de lavado corto durante el tiempo de lavado. Además, con el fin de satisfacer la necesidad de los consumidores de "lavar cuidadosamente las prendas", se dispone de un ciclo de centrifugado suave, posibilitando así reducir el daño a las prendas. Además, con el fin de satisfacer los problemas medioambientales y los problemas de ahorro de energía y de tener ventajas económicas, existen las tendencias de ahorro de agua, lavado a baja temperatura y acortamiento del tiempo de funcionamiento.

Todas estas tendencias conducen a disminuir la cantidad de trabajo, que es un producto de la potencia mecánica y el periodo de tiempo, de las lavadoras. Como resultado, se deteriora la detergencia debido a una disminución en la tasa de disolución de la partícula de detergente, y aumentan las partículas insolubles restantes de los detergentes en polvo y las partículas de detergente que permanecen en las prendas a la finalización del ciclo de lavado.

Como técnica anterior en un intento por resolver estos temas, la patente japonesa abierta a consulta por el público número 5-247497 da a conocer un método de preparación de una composición detergente que tiene una alta disolubilidad, que comprende, durante la preparación de una suspensión de soporte que incluye zeolita, añadir un citrato y secar por pulverización la mezcla para obtener perlas con resistencia mejorada, y aplicar un tensioactivo sobre las perlas.

Además, la publicación de patente japonesa no examinada número 3-504734 da a conocer un adsorbente granular que incluye del 45 al 75% en peso de zeolita, del 1 al 6% en peso de un jabón, del 1 al 12% en peso de un polímero, del 0 al 25% en peso de sulfato de sodio, del 0 al 5% en peso de un tensioactivo no iónico y del 10 al 24% en peso de agua, y que soporta un tensioactivo mediante su alta capacidad de adsorción, en la que el adsorbente granular mediante el cual se soporta el tensioactivo tiene un buen comportamiento distributivo en la lavadora.

Sin embargo, en estas publicaciones, los problemas tecnológicos anteriores no pueden resolverse suficientemente y en particular, estas publicaciones no dan a conocer una tecnología que pretenda preparar detergentes que puedan disolverse a altas velocidades.

Por tanto, en cuanto a los detergentes en polvo típicos de los que se dispone comercialmente, sus tasas de disolución tras 60 segundos y 30 segundos suministrando el detergente en polvo al agua a 5ºC tal como se define en la presente invención se miden mediante el método explicado en la presente memoria descriptiva. Como resultado, las tasas de disolución tras 60 segundos para los detergentes de los que se dispone comercialmente en Japón, en nueve detergentes de tipo compacto típicos, están en el intervalo de desde el 64 hasta el 87%; las tasas de disolución para los detergentes de los que se dispone comercialmente en los EE.UU., en cuatro detergentes de tipo compacto típicos, están en el intervalo de desde el 75 hasta el 88%; las tasas de disolución para los detergentes de los que se dispone comercialmente en Europa, en tres detergentes de tipo compacto típicos, están en el intervalo de desde el 57 hasta el 70%; y las tasas de disolución para los detergentes de los que se dispone comercialmente en Asia y Oceanía, en dos detergentes de tipo compacto típicos, están en el intervalo de desde el 64 hasta el 69%. Y las tasas de disolución tras 30 segundos para los detergentes de los que se dispone comercialmente en Japón, en nueve detergentes de tipo compacto típicos, están en el intervalo de desde el 55 hasta el 73%; las tasas de disolución para los detergentes de los que se dispone comercialmente en los EE.UU., en cuatro detergentes de tipo compacto típicos, están en el intervalo de desde el 65 hasta el 81%; las tasas de disolución para los detergentes de los que se dispone comercialmente en Europa, en tres detergentes de tipo compacto típicos, están en el intervalo de desde el 40 hasta el 60%; y las tasas de disolución para los detergentes de los que se dispone comercialmente en Asia y Oceanía, en dos detergentes de tipo compacto típicos, están en el intervalo de desde el 55 hasta el 60%. No puede decirse que el grado de las tasas de disolución obtenidas anteriormente satisfaga suficientemente las tendencias para las demandas de baja potencia mecánica mencionadas anteriormente.

El documento JP 8-73888 A da a conocer un detergente granular que tiene una densidad de al menos 500 g/l. El procedimiento dado a conocer comprende la compactificación y la granulación de gránulos secados por pulverización, que da como resultado una tasa de disolución no satisfactoria de las partículas.

El documento JP 9-194878 A (documento WO 97/17422) da a conocer una composición detergente granular que tiene una densidad aparente de desde 0,1 hasta 1,2 g/ml. Las partículas secadas por pulverización tienen preferiblemente un tamaño de partícula promedio de desde 100 hasta 600 μm, particularmente de desde 150 hasta 400 μm. Las partículas se producen mediante la preparación de una mezcla que incluye un adyuvante, un tensioactivo no iónico y un precursor ácido de un tensioactivo aniónico. En una segunda etapa, la mezcla se granula entonces. Esta granulación da como resultado una compactación, mediante la cual se obtiene una tasa de disolución no satisfactoria.

El documento JP 5-209200 A (documento EP 513824 A1) se refiere a un procedimiento para la producción de gránulos de detergente no iónicos que tienen una densidad aparente de desde 0,6 hasta 1 g/ml. El tamaño de partícula promedio del material particulado oscila preferiblemente desde 100 hasta 600 μm, más preferiblemente desde 150 hasta 400 μm. El método para producir los gránulos de detergente no iónicos comprende la formación de una capa de deposición de materiales de partida detergentes sobre la pared de una mezcladora de tipo con agitación y la compactificación de los materiales de partida. Los gránulos no son satisfactorios con respecto a una alta tasa de disolución.

El documento JP 5-125400 describe de nuevo un método para producir composiciones granulares que contienen tensioactivo no iónico que tienen una densidad aparente de aproximadamente 0,6 a 1,2 g/ml. El procedimiento de preparación es esencialmente el mismo que el facilitado para el documento JP 5-2092000 con la excepción de que un vehículo de absorción de aceite es un componente esencial. De nuevo, la tasa de disolución no es satisfactoria.

Descripción de la invención

En consecuencia, con el fin de satisfacer los problemas anteriores, es un objeto de la presente invención proporcionar partículas de detergente que tienen disolubilidad de alta velocidad que pueden disolverse rápidamente en agua tras suministrar las partículas de detergente en agua y un método para preparar las partículas de detergente, y una composición detergente que comprende las partículas de detergente.

La presente invención está relacionada con lo siguiente:

[1] partículas de detergente de núcleo único que tienen un tamaño de partícula promedio de desde 150 hasta 500 μm y una densidad aparente de 500 g/litro o superior, en las que las partículas de detergente comprenden al menos el 60% en peso de partículas de detergente que tienen poros en la parte interna de las mismas que tienen un tamaño de un décimo a cuatro quintos del tamaño de partícula y que pueden liberar una burbuja desde una parte interna de la partícula de detergente en un proceso de disolución de la partícula de detergente en agua, teniendo la burbuja un tamaño de un décimo o más del tamaño de partícula de la partícula de detergente; en las que las partículas de detergente son un conjunto de partículas de detergente que comprende partículas de base que comprenden el 20 - 90% en peso de un compuesto inorgánico soluble en agua, el 2 - 30% en peso de un polímero soluble en agua y el 5 - 70% en peso de una sal soluble en agua y un tensioactivo soportado a la partícula de base, en las que la partícula de base tiene una estructura localizada en la que están presentes porciones mayores del polímero soluble en agua y de la sal soluble en agua cerca de la superficie de las partículas de base en lugar de en la parte interna de las mismas; y en las que las partículas de detergente tienen (a) una tasa de disolución del 90% o superior, en condiciones en las que las partículas de detergente se suministran en agua a 5ºC y se agitan durante 60 segundos en las condiciones de agitación (denominadas más adelante en el presente documento simplemente "condiciones de agitación de prueba") definidas a continuación o (b) una tasa de disolución del 82% o superior en condiciones en las que las partículas de detergente se suministran en agua a 5ºC y se agitan durante 30 segundos en las condiciones de agitación definidas a continuación: se suministra 1 g de las partículas de detergente a un vaso de precipitados de un litro que tiene un diámetro interno de 105 mm que está cargado con un litro de agua dura que tiene 71,2 mg de $CaCO_3$/litro, en el que una razón molar de Ca/Mg es 7/3, y se agita con una barra de agitación de 35 mm de longitud y 8 mm de diámetro a una velocidad de rotación de 800 rpm; y se filtra con un tamiz convencional que tiene una abertura de tamiz de 74 μm tal como se define mediante la norma JIS Z 8801, en el que la tasa de disolución se calcula mediante la ecuación (1):

$$\text{Tasa de disolución (\%)} = [1 - (T/S)] \times 100 \qquad (1)$$

en la que S es un peso (g) de las partículas de detergente suministradas; y T es un peso seco (g) de las partículas insolubles restantes de las partículas de detergente que permanecen sobre el tamiz cuando se filtra con el tamiz un líquido preparado en las condiciones de agitación de prueba, en el que las condiciones de secado para las partículas insolubles restantes se mantienen a una temperatura de 105ºC durante 1 hora, y después en un desecador con un gel de sílice a 25ºC durante 30 minutos.

[2] Un método para preparar las partículas de detergente tal como se define en el punto [1] anteriormente, que comprende las etapas de:

Etapa (a): preparar una suspensión que contiene un compuesto inorgánico insoluble en agua, un polímero soluble en agua y una sal soluble en agua, en la que el 60% en peso o más de los componentes solubles en agua que incluyen el polímero soluble en agua y la sal soluble en agua se disuelve en la suspensión;

Etapa (b): secar por pulverización la suspensión obtenida en la etapa (a) para preparar las partículas de base, en la que el gas a alta temperatura suministrado a la torre de secado está a desde 150 hasta 300ºC y en la que la temperatura del gas expulsado de la torre de secado es de 70 - 125ºC; y

Etapa (c): añadir un tensioactivo a las partículas de base obtenidas en la etapa (b) para soportar el tensioactivo de ese modo;

[3] una composición detergente que comprende las partículas de detergente tal como se define en el punto [1] anteriormente en una cantidad del 50% en peso o superior.

Breve descripción de los dibujos

La figura 1 es un gráfico que muestra resultados comparativos de las mediciones de FT-IR/PAS (espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier/fotoacústica) de las partículas de base 1 que conservan el estado original y las partículas de base 1 en un estado uniformemente molido, en la que la línea continua indica los datos para las partículas de base que conservan el estado original y la línea discontinua indica los datos para las partículas de base en un estado uniformemente molido.

La figura 2 es una fotografía que muestra un ejemplo de una estructura de partícula (aumento: x400) de las partículas de base 1 mediante SEM (microscopía electrónica de barrido).

La figura 3 es una fotografía que muestra un ejemplo de una estructura de partícula (aumento: x400) de las partículas de base 1 mediante análisis de EDS (espectroscopia de dispersión de energía) (distribución de Na).

La figura 4 es una fotografía que muestra un ejemplo de una estructura de partícula (aumento: x400) de las partículas de base 1 mediante análisis de EDS (distribución de Al).

La figura 5 es una fotografía que muestra un ejemplo de una estructura de partícula (aumento: x400) de las partículas de base 1 mediante análisis de EDS (distribución de Si).

La figura 6 es una fotografía que muestra un ejemplo de una estructura de partícula (aumento: x400) de las partículas de base 1 mediante análisis de EDS (distribución de S).

La figura 7 es una fotografía que muestra un ejemplo de una estructura de partícula (aumento: x400) de la partícula de detergente de núcleo único en las partículas de detergente del ejemplo 1 mediante fotografía de SEM.

La figura 8 es una fotografía que muestra un ejemplo de una estructura de partícula (aumento: x400) de las partículas de base 1 mediante fotografía de SEM.

La figura 9 es una fotografía que muestra un ejemplo de una estructura de partícula (aumento: x400) de las partículas de base 2 mediante fotografía de SEM.

La figura 10 es una fotografía que muestra un ejemplo de una estructura de partícula (aumento: x400) de las partículas de base 3 mediante fotografía de SEM.

La figura 11 es una fotografía que muestra un ejemplo de una estructura de partícula (aumento: x400) de las partículas de base 4 mediante fotografía de SEM.

La figura 12 es una fotografía que muestra un ejemplo de una estructura de partícula (aumento: x400) de la partícula de detergente de núcleo único en las partículas de detergente del ejemplo 2 mediante fotografía de SEM.

Mejor modo de llevar a cabo la invención

La partícula de detergente tal como se denomina en la presente invención es una partícula que comprende un tensioactivo, un adyuvante, y las partículas de detergente significan un conjunto de las mismas. Además, la composición detergente significa una composición que comprende las partículas de detergente y que comprende además componentes de detergente añadidos por separado distintos de las partículas de detergente (por ejemplo, colorantes fluorescentes, enzimas, perfumes, agentes antiespumantes, agentes de blanqueo, activadores de blanqueo y similares).

1. *Mecanismo de disolubilidad de alta velocidad*

1.1 *Disolubilidad de alta velocidad mediante liberación de burbujas*

La partícula de detergente compacto convencional requiere un periodo de tiempo relativamente mayor para completar la disolución debido a que muestra un comportamiento de disolución en el que la partícula de detergente se disuelve gradualmente desde una parte cerca de la superficie de la partícula de detergente.

Por otra parte, las partículas de detergente de la presente invención comprenden una partícula de detergente que puede liberar una burbuja de un décimo o más del tamaño de partícula de la partícula de detergente en un proceso en el que la partícula de detergente se disuelve en agua (denominada más adelante en el presente documento "partícula de detergente que libera burbujas"), y en un proceso en el que la partícula de detergente que libera burbujas se disuelve en agua, la partícula de detergente que libera burbujas libera en primer lugar una burbuja que tiene a un tamaño dado de la parte interna de la partícula permitiendo que entre una pequeña cantidad de agua en la parte interna de la misma, y posteriormente la propia partícula experimenta ruptura (autorruptura de la partícula) permitiendo que entre una gran

cantidad de agua en la parte interna de la partícula, de modo que no sólo tenga lugar la disolución de una parte cerca de la superficie, sino que tenga lugar también la disolución y la ruptura de la parte interna de la partícula.

El comportamiento de disolución descrito anteriormente puede confirmarse mediante un microscopio digital o un microscopio óptico como un fenómeno en el que se libera una burbuja de tamaño de un décimo o más, preferiblemente un quinto o más, más preferiblemente un cuarto o más, todavía más preferiblemente un tercio o más, del tamaño de partícula de la partícula (denominado más adelante en el presente documento "burbuja que tiene un tamaño dado") en el caso en el que la partícula de detergente que libera burbujas se disuelve en agua. Por otra parte, en la partícula de detergente compacto convencional, la mayor parte de las burbujas formadas tienen un tamaño inferior a un décimo del tamaño de la partícula de detergente, de modo que la propia partícula no experimenta autorruptura. Por tanto, no puede obtenerse una disolubilidad de alta velocidad suficiente como en el caso de las partículas de detergente de la presente invención. Por otro lado, es preferible que, en el caso en el que la partícula de detergente se disuelve en agua con un estado de reposo, se genere la burbuja que tiene un tamaño dado en el plazo de 120 segundos, más preferiblemente en el plazo de 60 segundos, todavía más preferiblemente en el plazo de 45 segundos.

La partícula de detergente que libera burbujas que tiene disolubilidad de alta velocidad mediante la liberación de una burbuja descrita anteriormente no se limita a las especificadas en cuanto a las formas y las estructuras de la partícula, siempre que tenga poros (que pueden ser un único poro o una pluralidad de poros) que puedan liberar una burbuja que tiene a un tamaño dado. Es una partícula de detergente de núcleo único que se explica en la sección 4. Además, la partícula de detergente que libera burbujas constituye el 60% en peso o más, más preferiblemente el 80% en peso o más, de las partículas de detergente.

El tamaño de la burbuja se mide tal como sigue.

Se une una cinta adhesiva de doble cara a un centro de fondo de una placa de Petri de vidrio (diámetro interno: 50 mm). Las partículas de detergente se adhieren a la cinta adhesiva de doble cara. En primer lugar, se calcula un diámetro equivalente (α μm) para cada una de las partículas de detergente a partir de una imagen obtenida mediante un microscopio digital. Ejemplos del microscopio digital incluyen "VH-6300" fabricado por KEYENCE CORPORATION.

Posteriormente, se vertieron 5 ml de agua con intercambio iónico a 20ºC en la placa de Petri de vidrio y se observó el comportamiento de disolución para las partículas individuales de la medición objeto. Cuando se libera la burbuja de la parte interna de la partícula, se mide el diámetro equivalente (β μm) de la burbuja a partir de una imagen de un instante en el que la burbuja sale de la partícula. Por otro lado, en el caso en el que se libera una pluralidad de burbujas de la parte interna de la partícula, "β μm" se refiere a un valor máximo del diámetro equivalente medido para cada una de las burbujas. Se calcula la razón del diámetro de la burbuja con respecto al tamaño de partícula (β/α) para cada una de las partículas.

En la partícula de detergente que libera burbujas, los poros que tienen un tamaño de un décimo a cuatro quintos, preferiblemente de un quinto a cuatro quintos del tamaño de partícula están presentes en la parte interna de la partícula.

El tamaño de los poros puede medirse tal como sigue.

La partícula seleccionada se divide en una sección transversal de manera que incluya el tamaño de partícula máximo sin hacer chocar la partícula con un bisturí o similar. La sección transversal de división se observa mediante un microscopio electrónico de barrido (SEM). En el caso en el que se confirman el diámetro equivalente (tamaño de partícula) [γ μm] de una sección transversal de división de la partícula dividida y la presencia de los poros en la parte interna de la partícula, se mide un diámetro equivalente de los poros (tamaño de poro) [δ μm]. Por otro lado, en el caso en el que se confirma una pluralidad de poros, el diámetro equivalente δ μm se define como el mayor tamaño de poro entre ellos. Después, se calcula la razón del tamaño de poro con respecto al tamaño de partícula (δ/γ).

La partícula de detergente que libera burbujas tiene propiedad de núcleo único, desde el punto de vista del aumento espectacular de la velocidad de disolución.

La partícula de base tiene una estructura que tiene poros en la parte interna de la partícula de base, teniendo los poros un tamaño de un décimo a cuatro quintos, preferiblemente de un quinto a cuatro quintos del tamaño de partícula de la partícula. El tamaño de los poros puede medirse de la misma manera que la descrita anteriormente.

1.2 *Disolubilidad de alta velocidad mediante estructura localizada de la partícula de base*

En la partícula de detergente contenida en las partículas de detergente de la presente invención, aparte de tener el mecanismo de disolución mediante la liberación de una burbuja mencionado anteriormente, o en combinación con el mecanismo de disolución, puede observarse la disolubilidad de alta velocidad de la superficie de la partícula. Las características de la misma residen en que la partícula de detergente comprende una partícula de base que comprende un compuesto inorgánico insoluble en agua, un polímero soluble en agua y una sal soluble en agua, y un tensioactivo soportado por la partícula de base, en la que la partícula de base tiene una estructura localizada tal (denominada más adelante en el presente documento simplemente "estructura localizada de la partícula de base") que está presente una porción mayor del polímero soluble en agua y la sal soluble en agua cerca de la superficie de la partícula de base en

lugar de en la parte interna de la misma. La partícula de base en la que se localiza una porción mayor de las sustancias solubles en agua cerca de la superficie puede mostrar disolubilidad de alta velocidad porque los componentes solubles en agua cerca de la superficie se disuelven en agua más rápidamente, mostrando de ese modo un comportamiento de disolución en el que se acelera la ruptura de la partícula de detergente desde la superficie de la partícula. Por otro lado, la realización para mostrar disolubilidad de alta velocidad es una partícula de detergente que tiene la estructura localizada descrita anteriormente y que además es la partícula de detergente que libera burbujas. En este caso, la partícula de detergente incluye la partícula de detergente de núcleo único. Por otro lado, la definición de la partícula de detergente de núcleo único se facilitará en la sección 4 descrita más adelante. Además, la confirmación de la estructura localizada de la partícula de base se facilitará en la sección 3 descrita más adelante.

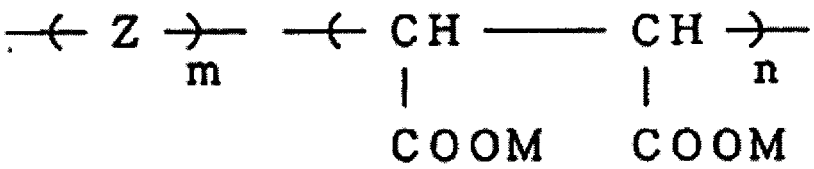
2. *Composición de la partícula de base*

La partícula de base que constituye la partícula de detergente contenida en las partículas de detergente de la presente invención comprende como componentes principales (A) un compuesto inorgánico insoluble en agua, (B) un polímero soluble en agua y (C) una sal soluble en agua, haciendo referencia a una partícula que puede usarse para soportar un tensioactivo, y un conjunto de las mismas se denomina "partículas de base".

Como compuesto inorgánico insoluble en agua del componente (A), son preferibles aquéllos que tienen un tamaño de partícula promedio primario de desde 0,1 hasta 20 μm. Ejemplos de los mismos incluyen aluminosilicatos cristalinos o amorfos, dióxido de silicio, compuestos de silicato hidratados, compuestos de arcilla tales como perlita y bentonita y similares, entre los que los aluminosilicatos cristalinos o amorfos, el dióxido de silicio y los compuestos de silicato hidratados se usan favorablemente. En particular, son preferibles los aluminosilicatos cristalinos.

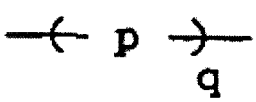
Como polímero soluble en agua del componente (B), pueden citarse los polímeros a base de ácido carboxílico, carboximetilcelulosa, azúcares y almidones solubles en agua, entre los que son preferibles los polímeros a base de ácido carboxílico.

Es preferible incluir polímeros a base de ácido carboxílico tales como un copolímero que tiene un peso molecular de aproximadamente varios miles a aproximadamente 100.000 y representado por la siguiente fórmula (I):



(I)

en la que Z es una olefina que tiene de 1 a 8 átomos de carbono, ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido itacónico, ácido metalilsulfónico o similares, que es un monómero copolimerizable con ácido maleico (anhídrido) o un maleato; m y n toman valores de manera que un peso molecular del copolímero es de varios cientos a 100.000; y M es Na, K, NH_4, amina o H; y/o un homopolímero que tiene un peso molecular de aproximadamente varios miles a aproximadamente 100.000 representado por la fórmula (II):



(II)

en las que p es un monómero homopolimerizable, ejemplificado por ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido maleico o similares; q toma un valor de manera que el peso molecular del homopolímero resultante es desde varios cientos hasta 100.000, estando el homopolímero en la forma de una sal de Na, una sal de K o una sal de NH_4. Por otro lado, el copolímero se prepara generalmente mediante polimerización al azar.

Entre estos polímeros a base de ácido carboxílico son particularmente excelentes las sales de los copolímeros de ácido acrílico - ácido maleico y las sales de los poli(ácidos acrílicos) (Na, K, NH_4 y similares). El peso molecular es preferiblemente desde 1.000 hasta 80.000, y son más preferibles los polímeros que tienen un peso molecular de 2.000 o más y un número de grupos carboxilo de 10 o más.

Además de los polímeros a base de ácido carboxílico anteriores, pueden usarse polímeros tales como poliglicidatos o similares; derivados de celulosa tales como carboximetilcelulosa; polímeros a base de ácido aminocarboxílico tales como poliaspartatos.

La cantidad de cada uno del copolímero de fórmula (I) y/o el homopolímero de fórmula (II) es preferiblemente desde el 1 hasta el 20% en peso, más preferiblemente desde el 2 hasta el 10% en peso en la composición detergente.

Como la sal soluble en agua del componente (C), pueden incluirse sales inorgánicas solubles en agua ejemplificadas normalmente por sales de metales alcalinos, sales de amonio o sales de amina de radicales tales como carbonatos, hidrogenocarbonatos, sulfatos, sulfitos, hidrogenosulfatos, fosfatos, haluros o similares; y sales de ácidos orgánicos solubles en agua que tienen pesos moleculares bajos tales como citratos, fumaratos y similares. Entre ellos, son preferibles los carbonatos, sulfatos y sulfitos. Son preferibles las sales inorgánicas porque los poros en la partícula de detergente están adicionalmente expandidos térmicamente mediante la producción de calor de hidratación y calor de disolución mediante la reacción con agua tras la preparación de las partículas de base, acelerando de ese modo la autorruptura de la partícula.

Aquí es preferible el carbonato de sodio como agente alcalinizante que muestra una región tampón de pH adecuado en el líquido de lavado. Los agentes alcalinizantes distintos al carbonato de sodio son silicatos amorfos o cristalinos. El silicato amorfo (vidrio soluble) se ha usado ampliamente como agente alcalinizante en materiales de partida detergentes. En el caso en el que se usa aluminosilicato como compuesto inorgánico insoluble en agua de la partícula de base, cuando se incluye el silicato amorfo (vidrio soluble) en la composición, es probable que se forme una masa insoluble, apenas soluble, de modo que debe prestarse mucha atención a los tipos y las cantidades de los materiales de base.

Las sales que tienen un alto grado de disociación, tales como sulfato de sodio, sulfato de potasio y sulfito de sodio, tienen una fuerza iónica aumentada del líquido de lavado, actuando de ese modo favorablemente con el lavado de manchas de sebo y similares. Además, el sulfito es importante porque tiene el efecto de reducir los iones hipoclorito contenidos en el agua del grifo, teniendo de ese modo un efecto de prevención de la degradación por oxidación de los componentes de detergente tales como enzimas y perfumes por los iones hipoclorito. Además, el uso de tripolifosfato de sodio, que es un adyuvante que tiene una capacidad de captura de iones metálicos y una capacidad alcalinizante excelentes, no dificulta los efectos de la presente invención. Además, como sales orgánicas solubles en agua que tienen un peso molecular bajo, son preferibles aquellos materiales de base que tienen un gran $pKCa^{2+}$ y/o que tienen una gran capacidad de intercambio catiónico con expectativas de conferir la capacidad de captura de iones metálicos. Además de los citratos, también pueden citarse metiliminodiacetatos, iminodisuccinatos, etilendiaminodisuccinatos, diacetatos de taurina, hidroxietiliminodiacetatos, diacetato de β-alanina, hidroxiiminodisuccinatos, diacetato de metilglicina, diacetato de ácido glutámico, diacetato de asparagina, diacetato de serina y similares. Aquí, desde el punto de vista de la detergencia, son preferibles los diacetatos de taurina, hidroxietiliminodiacetatos, diacetato de β-alanina, hidroxiiminodisuccinatos, diacetato de metilglicina, diacetato de ácido glutámico, diacetato de asparagina, diacetato de serina.

Además, cuando se mezclan en la partícula de base aniones distintos a los carbonatos, tales como sulfatos y sulfitos, y cationes distintos a los iones sodio, tales como iones potasio e iones amonio, se produce un efecto en la propiedad de antiaglutinación. Además, también pueden mostrarse efectos similares cuando se añade un tensioactivo aniónico, tal como un alquilbencenosulfonato en una cantidad del 5 al 25% en peso.

La composición de la partícula de base es tal como sigue. El compuesto inorgánico insoluble en agua del componente (A) es desde el 20 hasta el 90% en peso, más preferiblemente desde el 30 hasta el 75% en peso, lo más preferiblemente desde el 40 hasta el 70% en peso. El polímero soluble en agua del componente (B) es desde el 2 hasta el 30% en peso, más preferiblemente desde el 3 hasta el 20% en peso, lo más preferiblemente desde el 5 hasta el 20% en peso. Las sales solubles en agua del componente (C) son desde el 5 hasta el 78% en peso, más preferiblemente desde el 10 hasta el 70% en peso, todavía más preferiblemente desde el 10 hasta el 67% en peso, preferiblemente de manera particular desde el 20 hasta el 60% en peso, lo más preferiblemente desde el 20 hasta el 55% en peso. Dentro de los intervalos anteriores, la partícula de base es favorable en los aspectos de que tiene una estructura en la que cerca de la superficie de la partícula de base está recubierta con un componente soluble en agua, de modo que la capa de recubrimiento está suficientemente formada sobre la superficie de la partícula, haciendo de ese modo que su resistencia de la partícula sea suficiente. Además, es preferible desde el punto de vista de la disolubilidad de la composición detergente resultante.

Además, aparte de estos tres componentes (A) a (C), pueden incluirse en la partícula de base tensioactivos y otros componentes auxiliares utilizados adecuadamente en las composiciones detergentes, tales como colorantes fluorescentes, pigmentos y colorantes.

Con el fin de obtener la densidad aparente y la resistencia de la partícula deseadas, aunque sustancialmente no se requiere el tensioactivo como componente esencial de la partícula de base, puede añadirse el tensioactivo en una suspensión preparada en la etapa (a) de la sección 5 descrita más adelante, con el fin de mejorar la eficacia de secado en la etapa (b). La cantidad del tensioactivo en la suspensión es preferiblemente del 10% en peso o inferior, más preferiblemente desde el 1 hasta el 10% en peso, lo más preferiblemente desde el 2 hasta el 8% en peso. Por otro lado, las cantidades se obtienen partiendo de la base de los componentes sólidos de la suspensión.

Cuanto mayor es la capacidad de soporte de la partícula de base, con más probabilidad se muestra una disolubilidad de alta velocidad incluso cuando se añaden grandes cantidades del tensioactivo.

Ejemplos de los factores para mejorar la capacidad de soporte de la partícula de base incluyen el uso de materiales de base que tienen una gran capacidad de soporte (capacidad de absorción de aceite) como compuestos inorgánicos insolubles en agua del componente (A). Un ejemplo de material de base adecuado es zeolita tipo A que es preferible desde los puntos de vista de la capacidad de captura de iones metálicos y de las ventajas económicas. Aquí, la zeolita tipo A tiene una capacidad de absorción de aceite medida mediante un método según la norma JIS K 5101 de desde 40 hasta 50 ml/100 g (ejemplos de la misma incluyen el nombre comercial: "TOYOBUILDER", fabricado por Tosoh Corporation.). Además de lo anterior, puede citarse el tipo P (por ejemplo, nombres comerciales: "Doucil A24" y "ZSE064" fabricados por Crosfield B.V.; capacidad de absorción de aceite: de 60 a 150 ml/100 g) y el tipo X (por ejemplo, nombre comercial: "Wessalith XD" fabricado por Degussa-AG; capacidad de absorción de aceite: de 80 a 100 ml/100 g). Además, pueden usarse como compuestos inorgánicos insolubles en agua, sílice amorfa y aluminosilicatos amorfos que tienen alta capacidad de absorción de aceite pero baja capacidad de captura de iones metálicos. Ejemplos de los mismos incluyen los aluminosilicatos amorfos dados a conocer en la patente japonesa abierta a consulta por el público número 62-191417, página 2, parte inferior de la columna derecha, línea 19 a página 5, parte superior de la columna izquierda, línea 17 (particularmente, es preferible que la temperatura inicial esté en el intervalo de desde 15º hasta 60ºC); los aluminosilicatos amorfos dados a conocer en la patente japonesa abierta a consulta por el público número 62-191419, página 2, parte inferior de la columna derecha, línea 20 a página 5, parte inferior de la columna izquierda, línea 11 (particularmente son preferibles aquéllos que tienen una capacidad de absorción de aceite de 170 ml/100 g); y los aluminosilicatos amorfos dados a conocer en la patente japonesa abierta a consulta por el público número 9-132794, columna 17, línea 46 a columna 18, línea 38, la patente japonesa abierta a consulta por el público número 7-10526, columna 3, línea 3 a columna 5, línea 9, la patente japonesa abierta a consulta por el público número 6-227811, columna 2, línea 15 a columna 5, línea 2, y la patente japonesa abierta a consulta por el público número 8-119622, columna 2, línea 18 a columna 3, línea 47 (capacidad de absorción de aceite: 285 ml/100 g). Por ejemplo, puede usarse un vehículo de absorción de aceite, "TOKSIL NR" (fabricado por Tokuyama Soda Co., Ltd.; capacidad de absorción de aceite: de 210 a 270 ml/100 g); "FLOWRITE" (igual que anteriormente; capacidad de absorción de aceite: de 400 a 600 ml/100 g); "TIXOLEX 25" (fabricado por Kofran Chemical; capacidad de absorción de aceite: de 220 a 270 ml/100 g); "SILOPURE" (fabricado por Fuji Devison Co., Ltd.; capacidad de absorción de aceite: de 240 a 280 ml/100 g) y similares. En particular, como vehículos de absorción de aceite favorables son aquéllos que tienen las propiedades descritas en la patente japonesa abierta a consulta por el público número 5-5100, columna 4, línea 34 a columna 6, línea 16 (especialmente, los vehículos de absorción de aceite descritos en la columna 4, líneas 43 a 49); y la patente japonesa abierta a consulta por el público número 6-179899, columna 12, línea 12 a columna 13, línea 17 y columna 17, línea 34 a columna 19, línea 17.

En la presente invención, estos compuestos inorgánicos insolubles en agua pueden usarse solos o en combinación de varios tipos. Entre ellos, desde el punto de vista del mantenimiento de la alta disolubilidad incluso cuando se almacenan durante un largo periodo de tiempo (sin experimentar cambios de propiedad), es preferible que los aluminosilicatos tengan una Si/Al (razón molar) de 4,0 o inferior, preferiblemente de 3,3 o inferior.

3. *Estructura localizada de la partícula de base*

Como método para confirmar la estructura localizada de la partícula de base, puede emplearse, por ejemplo, un método combinado de espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FT-IR) y espectroscopia fotoacústica (PAS) (abreviado simplemente "FT-IR/PAS"). Tal como se describe en "*APPLIED SPECTROSCOPY*", 47, 1311-1316 (1993)), puede confirmarse el estado de distribución de las sustancias en la dirección de la profundidad desde la superficie de las muestras mediante FT-IR/PAS.

El método de medición para determinar la estructura de la partícula de base usado en la presente invención se ejemplificará a continuación.

Se carga cada celda con cada partícula de base de dos estados diferentes para realizar la medición de FT-IR/PAS, y la estructura de la partícula de base puede determinarse mediante la comparación de los valores de medición. En otras palabras, se toma una medición de FTIR/PAS para la partícula de base en un estado en el que está conservada la estructura deseada y se toma otra medición de FTIR/PAS para la muestra comparativa en la que la partícula de base está en un estado uniforme moliendo suficientemente la partícula de base con un mortero de ágata. Se mide la FT-IR/PAS, por ejemplo, mediante el uso de un espectrómetro infrarrojo "FTS-60A/896" (fabricado por Bio-Rad Laboratories), y la celda de PAS incluye un detector acústico "Modelo 300" fabricado por MTEC Corporation. Las condiciones de la medición son resolución de 8 cm^{-1}, velocidad de barrido de 0,63 cm/s y 128 barridos. En las condiciones de medición anteriores, se incluye la información hasta una profundidad de aproximadamente 10 μm desde la superficie de la partícula de base. En los espectros de PAS de la partícula de base, puede leerse cada uno de los picos característicos de carbonato de sodio, sulfato de sodio, zeolita y poliacrilato de sodio a 1434 cm^{-1} (CO_3^{2-} vibración de tensión degenerada), 1149 cm^{-1} (SO_4^{2-} vibración de tensión degenerada), 1009 cm^{-1} (Si-O-Si vibración de tensión antisimétrica) y 1576 cm^{-1} (CO_2^{-} vibración de tensión antisimétrica), respectivamente, y se mide la intensidad de área de cada pico. Se obtiene la intensidad de área relativa de cada uno de los picos característicos de las sales solubles en agua tales como carbonato de sodio o sulfato de sodio con respecto a los picos característicos de la zeolita, cuando se miden para cada uno del estado en el que está conservada la estructura de la partícula de base y el estado en el que la partícula de base está uniformemente molida. Entonces se compara la intensidad relativa resultante con la intensidad de área relativa de los picos característicos del polímero soluble en agua con respecto a los picos característicos de la zeolita, cuando se miden para cada uno de los estados anteriores, y de ese modo pueden determinarse los rasgos

estructurales de la partícula de base. Concretamente, puede demostrarse que la partícula de base tiene una estructura localizada de manera que están incluidas porciones mayores del polímero soluble en agua y/o las sales solubles en agua cerca de la superficie de la partícula de base que en la parte interna de la misma, y que está incluida una porción mayor del compuesto inorgánico insoluble en agua en la parte interna de la partícula de base que cerca de la superficie de la misma.

Con respecto a la partícula de base, se calculan las razones de la intensidad de área relativa de los picos característicos de las sales solubles en agua y el polímero soluble en agua con respecto a los picos característicos de la zeolita cuando se miden en el estado en el que está conservada la estructura localizada de los componentes con respecto a la intensidad de área relativa de los picos característicos cuando se miden en el estado en el que la partícula de base está molida para dar un estado uniforme. En cuanto a las sales solubles en agua, la razón es 1,1 o superior, preferiblemente 1,3 o superior, y en cuanto al polímero soluble en agua, la razón es 1,3 o superior, preferiblemente 1,5 o superior. Cuando la partícula de base tiene estas razones de intensidades de área relativas, puede decirse que la partícula de base tiene una estructura localizada.

En otras palabras, pueden confirmarse los rasgos estructurales de la partícula de base de la presente invención en la que el contenido de las sales solubles en agua tales como carbonato de sodio y sulfato de sodio y el polímero soluble en agua tal como poliacrilato de sodio son relativamente mayores en una parte cerca de la superficie de la misma, y el contenido del compuesto inorgánico insoluble en agua tal como zeolita es relativamente mayor en la parte interna de la partícula de base, mediante la medición de FT-IR/PAS.

La partícula de base que conserva el estado original o que está en un estado uniformemente molido se mide mediante FT-IR/PAS, y los resultados normalizados con la intensidad de pico de la zeolita se ilustran en la figura 1. Resulta claro a partir de la figura 1 que la intensidad de área relativa del carbonato de sodio y el sulfato de sodio con respecto a la zeolita y la intensidad de área relativa del poliacrilato de sodio con respecto a la zeolita, cuando se miden en el estado en el que la partícula de base conserva el estado original, son superiores a cada una de las intensidades de área relativas cuando se miden en el estado en el que la partícula de base está molida para dar un estado uniforme. Por otro lado, como partícula de base ilustrada en la figura 1, se usa la partícula de base 1 del producto inventivo descrito en los ejemplos explicados más adelante.

Como otros ejemplos del método de análisis estructural de la partícula de base, puede emplearse espectroscopia de rayos X de tipo dispersión de energía (EDS) y el microanálisis por sonda de electrones (EPMA). Mediante estos métodos de análisis puede analizarse la distribución bidimensional de los elementos mediante el barrido de la superficie de la muestra con un haz de electrones.

Por ejemplo, como difractómetro de rayos X de tipo dispersión de energía puede emplearse “EMAX 3770” fabricado por Horiba, LTD, que se une a un SEM tal como un microscopio electrónico de barrido de emisión de campo “Modelo S-4000”, fabricado por Hitachi, Ltd. En el caso en el que las sales solubles en agua, el compuesto inorgánico insoluble en agua y el polímero soluble en agua estén contenidos en la partícula de base, el estado de distribución de los elementos medidos con respecto a C, O, Na, Al, Si, S y similares de la sección transversal de división de la partícula de base obtenida mediante la inhibición de la partícula de base con una resina y la división de la partícula embebida con un microtomo, es de manera que Na y S están presentes en grandes cantidades en el lado externo de la sección transversal de la partícula, y que Al y Si están presentes en grandes cantidades en la parte central. Por tanto, puede confirmarse la estructura de la partícula de base en la que están incluidas grandes cantidades de las sales solubles en agua cerca de la superficie de la partícula de base, y está incluida una gran cantidad del compuesto inorgánico insoluble en agua en la parte central.

La figuras 2 a 6 muestran cada una una imagen de SEM de la partícula de base usada en la presente invención y resultados de mediciones de EDS para Na, Al, Si y S. Por otro lado, la partícula de base ilustrada es la partícula de base 1 de los ejemplos.

Resulta claro a partir de las figuras 3 a 6 que en la partícula de base, grandes proporciones de Na y S, los elementos constituyentes característicos para carbonato de sodio y sulfato de sodio, que son las sales solubles en agua, están distribuidas cerca de la superficie de la partícula (cerca de la superficie periférica externa en la sección transversal de la partícula), y que grandes proporciones de Al y Si, los elementos constituyentes característicos de zeolita, que es el compuesto inorgánico insoluble en agua, están distribuidas en la parte central de la partícula. En las figuras 3 a 6, las partes que contienen una gran distribución de cada uno de estos elementos tienen un alto brillo.

4. *Partículas de detergente que comprenden la partícula de detergente de núcleo único, y la partícula de base*

Las partículas de detergente de la presente invención comprenden una partícula de detergente de núcleo único desde el punto de vista de la disolubilidad de alta velocidad. La expresión “partícula de detergente de núcleo único” se refiere a una partícula de detergente que comprende una partícula de base y un tensioactivo soportado de ese modo, que se refiere a una partícula de detergente en la que una única partícula de detergente tiene una partícula de base como núcleo.

Como índice para expresar la propiedad de núcleo único, puede emplearse el grado de crecimiento de la partícula tal como se define en la ecuación (2):

$$\text{Grado de crecimiento de la partícula} = \frac{\text{Tamaño de partícula promedio de las partículas de detergente finales}}{\text{Tamaño de partícula promedio de las partículas de base}} \qquad (2)$$

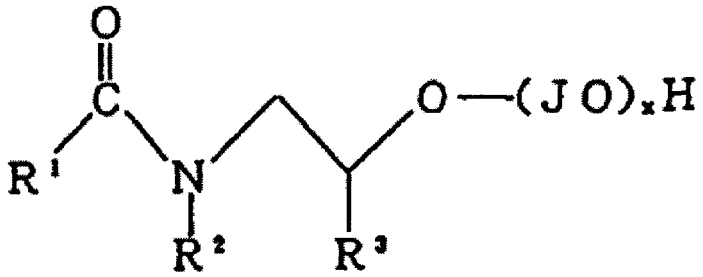
El grado de crecimiento de la partícula es preferiblemente de 1,5 o inferior, más preferiblemente de 1,3 o inferior.

La expresión "partículas de detergente finales" se refiere a un tamaño de partícula promedio de las partículas de detergente obtenido tras soportar un tensioactivo a las partículas de base, o las partículas de detergente en las que las partículas resultantes se someten a un tratamiento de mejora de la superficie.

En la presente invención, el tensioactivo que va a soportarse por la partícula de base puede ser uno o una combinación de tensioactivos aniónicos, tensioactivo no iónicos, tensioactivos anfóteros y tensioactivos catiónicos, dándose preferencia a un tensioactivo aniónico y a un tensioactivo no iónico.

El tensioactivo aniónico es preferiblemente sales de ésteres obtenidos a partir de un alcohol que tiene de 10 a 18 átomos de carbono y ácido sulfúrico; sales de ésteres obtenidos a partir de un producto alcoxilado de un alcohol que tiene de 8 a 20 átomos de carbono y ácido sulfúrico; alquilbencenosulfonatos; parafinsulfonatos; α-olefinsulfonatos; sales de ácidos grasos α-sulfonados; sales de ésteres alquílicos de ácidos grasos α-sulfonados; y sales de ácidos grasos. Particularmente en la presente invención, son preferibles los alquilbencenosulfonatos lineales de los que un resto alquilo tiene de 10 a 14 átomos de carbono, más preferiblemente de 12 a 14 átomos de carbono. Como contraiones, se da preferencia a los metales alcalinos y las aminas, y particularmente son preferibles monoetanolamina y dietanolamina de sodio y/o potasio.

Ejemplos preferibles del tensioactivo no fónico incluyen preferiblemente alquil éteres de polioxialquileno (de 8 a 20 átomos de carbono), alquilenpoliglucósidos, alquilfenil éteres de polioxialquileno (de 8 a 20 átomos de carbono), ésteres de ácido graso de sorbitano de polioxialquileno (de 8 a 22 átomos de carbono), esteres de ácido graso de polioxialquilenglicol (de 8 a 22 átomos de carbono), polímeros de bloque de polioxietileno - polioxipropileno y polioxialquilenalquilolamidas (de 8 a 22 átomos de carbono) representadas por la siguiente fórmula (III):



(III)

en la que R^1 es un grupo hidrocarburo saturado o insaturado que tiene un número promedio de átomos de carbono de 7 a 19; cada uno de R^2 y R^3 es independientemente H o grupo metilo; JO es un grupo oxialquileno, que es el grupo oxietileno, grupo oxipropileno o una mezcla de los mismos; x es un número molar adicional promedio del grupo oxialquileno, en el que x satisface que $0,5 \leq x \leq 10$.

Particularmente, el alquil éter de polioxialquileno que se prepara mediante la adición de un óxido de alquileno tal como el óxido de etileno o el óxido de propileno a un alcohol que tiene de 10 a 18 átomos de carbono en una cantidad de 4 a 20 moles es preferible como el tensioactivo no iónico, en el que el alquil éter de polioxialquileno resultante tiene un valor de HLB (equilibrio hidrófilo-lipófilo) tal como se calcula mediante el método de Griffin de desde 10,5 hasta 15,0, preferiblemente desde 11,0 hasta 14,5. También es preferible como tensioactivo no iónico una polioxialquilenalquilolamida representada mediante la fórmula (III), en la que R^1 es un grupo hidrocarburo saturado que tiene un número promedio de átomos de carbono de 11 a 13, cada uno de R^2 y R^3 es el sustituyente H, y x satisface que $1 \leq x \leq 5$.

La cantidad del tensioactivo soportado por las partículas de base usadas en la presente invención es preferiblemente desde 5 hasta 80 partes en peso, más preferiblemente desde 5 hasta 60 partes en peso, todavía más preferiblemente

desde 10 hasta 60 partes en peso, preferiblemente de manera particular desde 20 hasta 60 partes en peso, basándose en 100 partes en peso de las partículas de base, desde el punto de vista de la detergencia mostrada. Aquí, la cantidad de soporte del tensioactivo aniónico es preferiblemente desde 1 hasta 60 partes en peso, más preferiblemente desde 1 hasta 50 partes en peso, todavía más preferiblemente desde 3 hasta 40 partes en peso. La cantidad de soporte del tensioactivo no iónico es preferiblemente desde 1 hasta 45 partes en peso, más preferiblemente desde 1 hasta 35 partes en peso y preferiblemente desde 4 hasta 25 partes en peso. El tensioactivo aniónico y el tensioactivo no iónico pueden usarse solos o pueden usarse preferiblemente como una mezcla. Además, el tensioactivo anfótero o el tensioactivo catiónico también pueden usarse junto con ellos según su fin. La expresión "cantidad de soporte del tensioactivo" usada en el presente documento no incluye la cantidad del tensioactivo añadida cuando se añade un tensioactivo en la preparación de la suspensión en la etapa (a) de la sección 5.1 descrita más adelante.

Las propiedades favorables para las partículas de base usadas en la presente invención son tal como sigue.

4.1 *Propiedades de las partículas de base*

4.1.1 *Densidad aparente*: desde 400 hasta 1.000 g/litro, preferiblemente desde 500 hasta 800 g/litro. La densidad aparente se mide mediante un método según la norma JIS K 3362. En el intervalo anterior, pueden obtenerse partículas de detergente que tienen una densidad aparente de 500 g/litro o superior y disolubilidad de alta velocidad excelente.

4.1.2 *Tamaño de partícula promedio*: desde 150 hasta 500 μm, preferiblemente desde 180 hasta 300 μm. El tamaño de partícula promedio se mide haciendo vibrar cada uno de los tamices convencionales (aberturas del tamiz: de 2000 a 125 μm) según la norma JIS Z 8801 durante 5 minutos y calculando un tamaño medio a partir de un porcentaje en peso dependiendo del tamaño de las aberturas de los tamices.

4.1.3 *Resistencia de la partícula*: Que oscila desde 50 hasta 2.000 kg/cm^2, preferiblemente desde 100 hasta 1.500 kg/cm^2, preferiblemente de manera particular desde 150 hasta 1.000 kg/cm^2. En el intervalo anterior, las partículas de base muestran una propiedad de ruptura excelente, de modo que pueden obtenerse partículas de detergente que tienen disolubilidad de alta velocidad excelente.

La resistencia de la partícula se mide mediante el siguiente método.

Se carga un recipiente cilíndrico de un diámetro interno de 3 cm y una altura de 8 cm con 20 g de una muestra y se golpea 30 veces el recipiente que contiene la muestra (fabricado por Tsutsui Rikagaku Kikai K.K., "Modelo TVP1" dispositivo de medición de la densidad aparente empaquetado de tipo golpeo; condiciones de golpeo: 36 veces/minuto, flujo libre desde una altura de 60 mm). Se mide la altura de la muestra (una altura de muestra inicial) tras el golpeo. Después, se prensa una superficie superior completa de la muestra mantenida en el recipiente a una tasa de 10 mm/min con una máquina de pensado para tomar las mediciones para una curva de carga-desplazamiento. La pendiente de la parte lineal a una tasa de desplazamiento del 5% o inferior se multiplica por una altura de muestra inicial y el producto resultante se divide entre un área prensada, para dar un cociente que se define como la resistencia de la partícula.

4.1.4 *Capacidad de soporte*: 20 ml/100 g o superior, preferiblemente 40 ml/100 g o superior. En el intervalo anterior, puede suprimirse la aglomeración de las partículas de base entre sí, de modo que puede mantenerse favorablemente la propiedad de núcleo único de la partícula en las partículas de detergente.

La capacidad de soporte se mide mediante el siguiente método.

Se carga un recipiente de mezclado cilíndrico de un diámetro interno de aproximadamente 5 cm y una altura de aproximadamente 15 cm que está equipado con impulsores de agitación en la parte interna del mismo con 100 g de una muestra. Con la agitación del contenido a 350 rpm, se suministra aceite de linaza a una tasa de aproximadamente 10 ml/min a 25ºC. La capacidad de soporte se define como una cantidad del aceite de linaza suministrado cuando el par de torsión de agitación alcanza el nivel más alto.

4.1.5 *Contenido en agua*: El contenido en agua es del 20% en peso o inferior, preferiblemente del 10% en peso o inferior, preferiblemente de manera particular del 5% en peso o inferior. En este intervalo, pueden obtenerse partículas de base que tienen propiedades excelentes.

El contenido en agua se mide mediante el siguiente método.

Se coloca una muestra de tres gramos sobre un disco de pesada y se seca la muestra con una secadora eléctrica a 105ºC durante 2 horas. Se pesa la muestra tras el secado. El contenido en agua se calcula a partir de la pérdida de peso, concretamente la diferencia de peso antes y después del secado, contenido en agua que se expresa en porcentaje.

4.2 *Propiedades de las partículas de detergente que comprenden partícula de detergente de núcleo único*

4.2.1 *Propiedad de núcleo único*

La propiedad de núcleo único puede confirmarse mediante al menos un método seleccionado de método (a), método (b) y método (c).

Método (a): Un método de confirmación de la propiedad de núcleo único de la partícula de detergente mediante la división de parte de la partícula de detergente tomada como muestra arbitrariamente a partir de partículas de detergente de un tamaño próximo a su tamaño de partícula promedio, y la observación de la presencia o ausencia de la partícula de base y un número de la partícula de base en la partícula de detergente mediante un microscopio electrónico de barrido (SEM). La fotografía de SEM ilustrada en la figura 7 es una imagen de SEM observada sobre la sección transversal de división de la partícula de detergente preparada a partir de la partícula de base 1 de la presente invención descrita en los ejemplos que se explican más adelante. Resulta claro a partir de la figura 7 que la partícula de detergente contenida en las partículas de detergente de la presente invención es una partícula de detergente de núcleo único que comprende una partícula de base como núcleo.

Método (b): Un método de observación mediante observación de SEM de un componente insoluble en disolvente orgánico obtenido tras la extracción de un componente soluble en disolvente orgánico en la partícula de detergente con un disolvente orgánico en el que no se disuelve el polímero soluble en agua en la partícula de base en el detergente [por ejemplo, en el caso en el que está presente un poliacrilato como polímero soluble en agua y está presente un tensioactivo aniónico (LAS) o un tensioactivo no iónico como tensioactivo en la partícula de base, puede usarse favorablemente etanol.]. Específicamente, en el caso en el que está presente una partícula de base en el componente insoluble en disolvente orgánico obtenido mediante el tratamiento de una partícula de detergente con el disolvente orgánico anterior, se encuentra que la partícula de detergente tiene propiedad de núcleo único.

Método (c): Un método de confirmación de la propiedad de núcleo único de la partícula de detergente mediante la detección por medio de EDS o EPMA de una distribución elemental bidimensional de la sección transversal de división de la partícula de detergente embebida por la resina.

4.2.2 *Disolubilidad de alta velocidad*

Las partículas de detergente que comprenden la partícula de detergente de núcleo único de la presente invención tienen disolubilidad de alta velocidad. En la presente invención, la disolubilidad de alta velocidad de la partícula de detergente de núcleo único puede evaluarse mediante la tasa de disolución en 60 segundos o mediante la tasa de disolución en 30 segundos.

La expresión "disolubilidad de alta velocidad" en la tasa de disolución en 60 segundos de las partículas de detergente en la presente invención se refiere a una tasa de disolución de las partículas de detergente calculada mediante el siguiente método del 90% o superior. La tasa de disolución es preferiblemente del 94% o superior, más preferiblemente del 97% o superior.

A continuación se detallan más concretamente las condiciones de agitación de prueba descritas anteriormente. Se carga un vaso de precipitados de un litro (una forma cilíndrica que tiene un diámetro interno de 105 mm y una altura de 150 mm, por ejemplo, un vaso de precipitados de vidrio de un litro fabricado por Iwaki Glass Co., Ltd.) con un litro de agua dura enfriada hasta 5ºC y que tiene una dureza de agua que corresponde a 71,2 mg de $CaCO_3$/litro (una razón molar de Ca/Mg: 7/3). Con el mantenimiento de la temperatura del agua constante a 5ºC con un baño de agua, se agita el agua con una barra de agitación [35 mm de longitud y 8 mm de diámetro, por ejemplo, modelo "TEFLON SA" (MARUGATA-HOSOGATA) fabricado por ADVANTEC] a una velocidad de rotación (800 rpm), de manera que la profundidad de remolino con respecto a la profundidad del agua es de aproximadamente 1/3. Las partículas de detergente que se han reducido a muestra y pesado con precisión de manera que sean de 1,0000 ± 0,0010 g se suministran y se dispersan en agua con agitación y se continúa con la agitación. Tras 60 segundos de suministro de las partículas de detergente, se filtra una dispersión líquida de las partículas de detergente en el vaso de precipitados con un tamiz convencional (100 mm de diámetro) y una abertura de tamiz de 74 μm tal como se define mediante la norma JISZ 8801 de un peso conocido. Después, se recogen las partículas de detergente que contienen agua que permanecen sobre el tamiz en un recipiente abierto de un peso conocido junto con el tamiz. Por otro lado, el tiempo de funcionamiento desde el comienzo de la filtración hasta la recogida con el tamiz se fija a 10 s ± 2 s. Las partículas insolubles restantes de las partículas de detergente recogidas se secan durante una hora en una secadora eléctrica calentada hasta 105ºC. Después, las partículas insolubles secas se enfrían manteniéndolas en un desecador con un gel de sílice a 25ºC durante 30 minutos. Tras enfriar las partículas insolubles restantes, se mide el peso total de las partículas insolubles restantes secas del detergente, el tamiz y el recipiente recogido y se calcula la tasa de disolución (%) de las partículas de detergente mediante la ecuación (1).

La expresión "disolubilidad de alta velocidad" en la tasa de disolución en 30 segundos de las partículas de detergente en la presente invención se refiere a una tasa de disolución de las partículas de detergente del 82% o superior, tal como se calcula mediante un método similar al método de cálculo de la tasa de disolución en 60 segundos en el que se filtra una dispersión líquida de la partícula de detergente tras 30 segundos desde el suministro de las partículas de detergente. La tasa de disolución es preferiblemente del 85% o superior, más preferiblemente del 90% o superior.

Incluso en el método de evaluación anterior usando un agua a baja temperatura en el que se reduce la tasa de disolución del detergente, en la presente invención, las partículas de detergente que comprenden una partícula de detergente de núcleo único usando una partícula de base tienen la alta tasa de disolución mencionada anteriormente. La excelente disolubilidad en la presente invención proporciona, no sólo un efecto de mejora de la detergencia mediante la elución más rápidamente de los componentes de detergencia en una tina de lavado, sino también ventajas muy importantes en la calidad ya que no quedan partículas insolubles restantes de detergentes ni siquiera cuando se lava

durante un corto periodo de tiempo o con resistencia mecánica baja, tal como un ciclo de lavado a mano, un ciclo suave y un ciclo rápido empleados en las lavadoras completamente automáticas utilizadas en la actualidad.

Las propiedades favorables para las partículas de detergente que comprenden la partícula de detergente de núcleo único obtenidas en la presente invención son tal como sigue.

4.2.3 *Densidad aparente*: 500 g/litro o superior, preferiblemente desde 500 hasta 1.000 g/litro, más preferiblemente desde 600 hasta 1.000 g/litro, todavía más preferiblemente desde 650 hasta 850 g/litro. La densidad aparente se mide mediante un método según la norma JIS K 3362.

4.2.4 *Tamaño de partícula promedio*: desde 150 hasta 500 μm, preferiblemente desde 180 hasta 300 μm. El tamaño de partícula promedio se mide haciendo vibrar cada uno de los tamices convencionales (aberturas del tamiz: de 2000 a 125 μm) según la norma JIS Z 8801 durante 5 minutos y calculando un tamaño medio a partir de un porcentaje en peso dependiendo del tamaño de las aberturas de los tamices.

4.2.5 *Fluidez*: evaluada como un tiempo de flujo de preferiblemente 10 segundos o más corto, más preferiblemente 8 segundos o más corto. El tiempo de flujo es un periodo de tiempo requerido para dejar caer 100 ml de polvo desde una tolva usada en la medición de la densidad aparente tal como se define en la norma JIS K 3362.

4.2.6 *Propiedad aglutinante*: evaluada como la permeabilidad del tamiz de preferiblemente el 90% o superior, más preferiblemente el 95% o superior.

El método de prueba para determinar la propiedad aglutinante es tal como sigue. Se prepara una caja sin tapa que tiene unas dimensiones de 10,2 cm de longitud, 6,2 cm de anchura y 4 cm de anchura de un papel de filtro (número 2, fabricado por ADVANTEC) grapando el papel de filtro en las cuatro esquinas. Se coloca una muestra de 50 g en esta caja y se colocan sobre la muestra una placa de resina acrílica y una placa de plomo (o una placa de hierro) con un peso total de 15 g + 250 g. Se mantiene la caja anterior en un termostato mantenido a una humedad constante en condiciones de temperatura de 30ºC y humedad del 80%, se evalúan las condiciones de aglutinación tras 7 días y tras un mes mediante el cálculo de la permeabilidad tal tomo se explica a continuación.

Permeabilidad

Se coloca suavemente una muestra obtenida tras la prueba anterior sobre un tamiz (abertura de tamiz: 4760 μm, tal como se define mediante la norma JISZ 8801) y se mide el peso del polvo que pasa a través del tamiz. Se calcula la permeabilidad basándose en la muestra obtenida tras la prueba anterior mediante la siguiente ecuación:

$$\text{Permeabilidad (\%)} = \frac{\text{Peso del polvo que pasa a través del tamiz (g)}}{\text{Peso de la muestra completa (g)}} \times 100$$

4.2.7 *Propiedad de exudación*: En la siguiente evaluación, es preferiblemente de categoría 2 o mejor, más preferiblemente de categoría 1.

El método de prueba para determinar la propiedad de exudación se lleva a cabo mediante la evaluación de un examen visual de las condiciones de exudación de un tensioactivo en una parte de fondo del papel de filtro obtenido tras la prueba de aglutinación, realizándose el examen a partir de un lado en el que el polvo no entra en contacto con él. La evaluación para la propiedad de exudación se realiza basándose en el área de la parte humectada que ocupa la parte de fondo en las categorías de la 1 a la 5. Por otro lado, cada una de las categorías se determina tal como sigue:

Categoría 1: No humectado.

2: Estando humectado aproximadamente un cuarto del área de fondo.

3: Estando humectada aproximadamente la mitad del área de fondo.

4: Estando humectado aproximadamente tres cuartos del área de fondo.

5: Estando humectado la totalidad del fondo.

5. *Método para preparar partículas de detergente*

Las partículas de detergente de la presente invención pueden prepararse mediante un método que comprende de la etapa(a) a la etapa (c) siguientes:

Etapa (a): preparar una suspensión que contiene un compuesto inorgánico insoluble en agua, un polímero soluble en agua y una sal soluble en agua, en la que el 60% en peso o más de los componentes solubles en agua que comprenden el polímero soluble en agua y la sal soluble en agua se disuelve en la suspensión;

Etapa (b): secar por pulverización la suspensión obtenida en la etapa (a) para preparar las partículas de base, en la que el gas a alta temperatura suministrado a la torre de secado está a desde 150 hasta 300ºC y en la que la temperatura del gas expulsado de la torre de secado es de 70 - 125ºC; y

Etapa (c): añadir un tensioactivo a las partículas de base obtenidas en la etapa (b) para soportar el tensioactivo de ese modo.

Además, con el fin de mejorar adicionalmente las propiedades y la calidad de las partículas de detergente resultantes, es preferible añadir adicionalmente una etapa de modificación de la superficie posterior a la etapa (c). A continuación se describirán las realizaciones preferidas para cada una de las etapas (a) a (c) y una etapa de modificación de la superficie.

5.1 Etapa (a) (*Etapa para la preparación de la suspensión*)

La etapa (a) comprende preparar una suspensión con el fin de preparar partículas de base. La suspensión usada en la presente invención puede ser preferiblemente una suspensión que tiene una propiedad de no solidificación que puede transportarse con una bomba. Además, el método de adición de los componentes y su orden pueden variarse apropiadamente dependiendo de las condiciones de preparación. Es preferible que el contenido del componente insoluble en agua (A) en la suspensión sea desde el 6 hasta 63% en peso, y que el contenido de los componentes solubles en agua (B, C) en la suspensión sea desde el 2,1 hasta el 56% en peso.

Con el fin de que la partícula de base que constituye las partículas de base obtenidas en la etapa (b) tenga la estructura en la presente invención, es decir la estructura en el que están presentes cantidades mayores de los componentes solubles en agua (B, C) cerca de la superficie de la partícula de base que en la parte interna de la misma, y están presentes cantidades mayores del componente insoluble en agua (A) en la parte interna de la partícula de base que cerca de la superficie de la misma (estructura localizada de los componentes), se requiere que los componentes solubles en agua (B, C) en la etapa (b) migren hasta la superficie de la partícula junto con la evaporación de la humedad. En tal caso, la tasa de disolución de los componentes solubles en agua (B, C) en la suspensión se convierte en un factor importante. En otras palabras, se requiere preparar una suspensión en la que los componentes solubles en agua (B, C) se disuelven en una cantidad del 60% en peso o superior, preferiblemente del 70% en peso o superior, más preferiblemente del 85% en peso o superior, todavía más preferiblemente del 90% en peso o superior. En general, el contenido en agua requerido para preparar una suspensión de este tipo es preferiblemente desde el 30 hasta el 70% en peso, más preferiblemente desde 35 hasta el 60% en peso, lo más preferiblemente desde el 40 hasta el 55% en peso. Cuando el contenido en agua es bajo, los componentes solubles en agua (B, C) no pueden disolverse suficientemente en la suspensión y de ese modo, disminuyen las proporciones de los componentes solubles en agua (B, C) que están presentes cerca de la superficie de la partícula de base resultante. Además, cuando el contenido en agua es demasiado alto, el contenido en agua que es necesario que se evapore en la etapa (b) se vuelve alto, disminuyendo de ese modo su productividad.

El método de medición de la tasa de disolución de los componentes solubles en agua (polímero soluble en agua y sales solubles en agua) en la suspensión es tal como sigue. Se filtra la suspensión a presión reducida y se mide la concentración de agua (% de P) en el filtrado. El contenido en agua de la suspensión se indica como (% de Q) y la concentración de los componentes solubles en agua en la suspensión se indica como "% de R". La tasa de disolución de los componentes solubles en agua se calcula mediante la ecuación (3):

$$\text{Tasa de disolución (\%)} = \frac{Q\,(100 - P)}{P} \times \frac{1}{R} \times 100 \qquad (3)$$

Aquí, cuando la tasa de disolución calculada supera el 100%, se supone que la tasa de disolución es del 100%.

Además, la temperatura de la suspensión es preferiblemente desde 30º hasta 80ºC, más preferiblemente desde 40º hasta 70ºC. Cuando la temperatura de la suspensión está en el intervalo anterior, es preferible desde el punto de vista de los aspectos de la disolubilidad de los componentes solubles en agua (B, C) y de la capacidad de transporte de líquido de la misma con una bomba.

Un método para formar una suspensión incluye, por ejemplo, un procedimiento que comprende añadir una cantidad completa o casi la cantidad completa de agua a un recipiente de mezclado en primer lugar, y añadir en orden o simultáneamente los componentes restantes, preferiblemente tras una fase en la que la temperatura del agua alcanza casi una temperatura en la que puede funcionar. El orden habitual de la adición comprende añadir en primer lugar componentes líquidos tales como un tensioactivo y un poliacrilato, y añadir posteriormente un material de partida en polvo, soluble en agua, tal como ceniza de sosa. Además, se añade una pequeña cantidad de los componentes auxiliares tales como un colorante. Finalmente, se añade el componente insoluble en agua tal como zeolita. En este momento, para el fin de mejorar la eficacia de la combinación, puede añadirse el componente insoluble en agua en dos o más porciones separadas. Además, los materiales de partida en polvo pueden combinarse previamente y los materiales de partida en polvo combinados pueden añadirse entonces a un medio acuoso. Además, tras la adición de los componentes completos, puede añadirse agua para ajustar su viscosidad o el contenido en agua de la suspensión. Tras la adición de los componentes completos en la suspensión, se combinan los componentes durante preferiblemente 10 minutos o más, más preferiblemente 30 minutos o más, para preparar una suspensión uniforme.

5.2 Etapa (b) (*Etapa para la preparación de las partículas de base*)

La etapa (b) comprende secar la suspensión obtenida en la etapa (a) para preparar las partículas de base. Como en el método de secado de la suspensión, con el fin de permitir que la partícula de base tenga poros que pueden liberar una burbuja de un tamaño deseado y permitir también que la partícula de base tenga la estructura localizada de los componentes que son característicos para la presente invención, es preferible que la suspensión se seque instantáneamente y más preferiblemente que se seque por pulverización para formar la partícula resultante con una forma sustancialmente esférica. La torre de secado por pulverización puede ser o bien una torre en contracorriente o una torre con corrientes en el mismo sentido, y es más preferible la torre en contracorriente desde los puntos de vista de la eficacia térmica y de la mejora en la resistencia de las partículas de las partículas de base. El dispositivo de atomización para la suspensión puede tener cualquiera de las formas de una boquilla de pulverización a presión, una boquilla de pulverización de dos fluidos y una rueda giratoria. Desde el punto de vista de tener un tamaño de partícula promedio de las partículas de base resultantes de desde 150 hasta 500 μm, preferiblemente desde 180 hasta 300 μm, la boquilla de pulverización a presión es particularmente preferible. La temperatura del gas a alta temperatura suministrado a la torre de secado normalmente es desde 150º hasta 300ºC, más preferiblemente desde 170º hasta 250ºC. Cuando la temperatura es superior al intervalo anterior, es probable que se quemen los compuestos orgánicos en el producto sólido depositado en la torre de secado por pulverización cuando se lleva a cabo el funcionamiento continuo, lo que puede originar problemas. Además, la temperatura del gas expulsado de la torre de secado normalmente es desde 70º hasta 125ºC, más preferiblemente desde 80º hasta 115ºC. Cuando la temperatura del gas de escape es superior al intervalo anterior, disminuye la eficacia térmica de la torre de secado.

5.3 Etapa (c) (*Etapa de soporte del tensioactivo*)

La etapa (c) comprende soportar un tensioactivo a las partículas de base obtenidas en la etapa (b). El tensioactivo puede soportarse por las partículas de base mediante el uso de mezcladoras conocidas en un procedimiento discontinuo o un procedimiento continuo. Además, en el caso en el que se lleva a cabo el método de la presente invención en un procedimiento discontinuo, el método para suministrar las partículas de base y el tensioactivo puede llevarse a cabo, por ejemplo, mediante los siguientes procedimientos diversos. Por otro lado, cada uno de los procedimientos (1) a (3) se lleva a cabo con el funcionamiento de una mezcladora. (1) Un procedimiento que comprende suministrar partículas de base en la mezcladora de antemano; y después añadir un tensioactivo a la misma. (2) Un procedimiento que comprende suministrar simultáneamente cada una de las partículas de base y un tensioactivo en la mezcladora en cantidades pequeñas de una vez. (3) Un procedimiento que comprende suministrar una parte de las partículas de base en la mezcladora de antemano; y suministrar las partículas de base restantes y un tensioactivo a la misma en cantidades pequeñas de una vez.

Entre estos procedimientos, el punto (1) anterior es particularmente preferible. Además, el tensioactivo se añade preferiblemente en estado líquido y es más preferible que se suministre el tensioactivo en estado líquido mediante pulverización.

De los tensioactivos que están presentes en la forma de sólidos o pastas, incluso cuando se calientan hasta una temperatura dentro del intervalo de temperatura práctico, esos tensioactivos pueden añadirse a las partículas de base en la forma de una mezcla líquida o disolución acuosa mediante la dispersión o la disolución del tensioactivo sólido o de tipo pasta en un tensioactivo de baja viscosidad, tal como un tensioactivo no iónico, una disolución acuosa de un tensioactivo no iónico o agua, para preparar una mezcla líquida o una disolución acuosa de tensioactivos. Mediante este método, los tensioactivos que están presentes en la forma de sólidos o pastas pueden añadirse fácilmente a las partículas de base, haciéndolos de ese modo ventajosos adicionalmente en la preparación de las partículas de detergente que comprenden la partícula de detergente de núcleo único. La razón de mezclado del tensioactivo de baja viscosidad o agua con respecto al tensioactivo sólido o de tipo pasta es preferiblemente tal que la mezcla líquida o la disolución acuosa resultante tenga una viscosidad en un intervalo pulverizable. Por ejemplo, en lo que se refiere al caso de mezclar dodecil éter de polioxietileno y dodecilbencenosulfonato de sodio, puede obtenerse la mezcla líquida de tensioactivos que es fácilmente pulverizable mediante el ajuste de su razón de mezclado a 1:1,4 o inferior.

Ejemplos del método para preparar la mezcla líquida anterior incluyen un método de suministrar y mezclar un tensioactivo sólido o de tipo pasta a un tensioactivo de baja viscosidad o agua; o un método de neutralizar un precursor

ácido de un tensioactivo con un agente alcalinizante (por ejemplo, un hidróxido de sodio acuoso o un hidróxido de potasio acuoso) en un tensioactivo de baja viscosidad o agua, para preparar una mezcla líquida de tensioactivos.

Además, en esta etapa, puede añadirse un precursor ácido de un tensioactivo aniónico antes de añadir un tensioactivo, simultáneamente con la adición de un tensioactivo, en el transcurso de la adición de un tensioactivo o tras añadir un tensioactivo. Mediante la adición del precursor ácido de un tensioactivo aniónico, puede lograrse una alta concentración de los tensioactivos, el control de la capacidad de absorción de aceite de las partículas de base y mejoras en las propiedades y la calidad, tal como la prevención de la exudación del tensioactivo no iónico y la fluidez, de las partículas de detergente resultantes.

Ejemplos del precursor ácido de un tensioactivo aniónico que pueden usarse en la presente invención incluyen ácidos alquilbencenosulfónicos, ácidos alquil éter o alquenil etersulfúricos, ácidos alquilsulfúricos o alquenilsulfúricos, ácidos α-olefinsulfónicos, ácidos grasos α-sulfonados, ácidos alquil éter o alquenil etercarboxílicos, ácidos grasos y similares. Es preferible que se añada el ácido graso tras la adición del tensioactivo, desde el punto de vista de mejorar la fluidez de las partículas de detergente.

La cantidad del precursor ácido de un tensioactivo aniónico usado es preferiblemente desde 0,5 hasta 30 partes en peso, más preferiblemente desde 1 hasta 20 partes, basándose en 100 partes en peso de las partículas de base. Cuando la cantidad del precursor ácido de un tensioactivo aniónico usado está en el intervalo anterior, es probable que se mantengan las propiedades de núcleo único de la partícula en las partículas de detergente y de ese modo, las partículas de detergente muestran una disolubilidad de alta velocidad excelente. Además, como en el método para añadir el precursor ácido de un tensioactivo aniónico, es preferible que los que están en estado líquido a temperatura ambiente se suministren mediante pulverización, y los que están en estado sólido a temperatura ambiente pueden añadirse como un polvo, o pueden suministrarse mediante pulverización tras el fundido del sólido. Aquí, en el caso de la adición como un polvo, es preferible que se eleve la temperatura de las partículas de detergente en la mezcladora hasta un punto en el que se funda el polvo.

Las mezcladoras conocidas pueden usarse como dispositivos utilizables preferiblemente para la etapa (c) incluyendo, por ejemplo, la mezcladora Henschel (fabricada por Mitsui Miike Machinery Co., Ltd.); la mezcladora de alta velocidad (Fukae Powtec Corp.); la granuladora vertical (fabricada por Powrex Corp.); la mezcladora Ládige (fabricada por Matsuzaka Giken Co., Ltd.); la mezcladora PLOUGH SHARE (fabricada por PACIFIC MACHINERY & ENGINEERING Co., LTD.); la mezcladora Nauta (fabricada por Hosokawa MicronCorp.); y similares.

Desde el punto de vista de la preparación de las partículas de detergente que comprenden la partícula de detergente de núcleo único, como mezcladoras preferibles se prefieren aquellos dispositivos que es menos probable que tengan un esfuerzo cortante fuerte contra la partícula de base (es decir, las mezcladoras que es menos probable que produzcan la ruptura de la partícula de base), y desde el punto de vista de la eficacia en la dispersión de los tensioactivos, también son preferibles los dispositivos con buena eficacia de mezclado. Entre las mezcladoras anteriores, se da una preferencia particular a una mezcladora que contiene un árbol de agitación dispuesto a lo largo de la línea central de un recipiente de combinación cilíndrico, horizontal, e impulsores de agitación dispuestos sobre el árbol de agitación, para llevar a cabo la combinación de los polvos (mezcladoras horizontales), incluyendo la mezcladora Lddige, la mezcladora PLOUGH SHARE y similares.

Además, las mezcladoras enumeradas anteriormente en un procedimiento continuo también pueden usarse para soportar el tensioactivo por las partículas de base. Además, como mezcladoras para un procedimiento continuo pueden usarse otras distintas a las enumeradas anteriormente, por ejemplo, Flexo Mix (fabricada por Powrex Corp.); TURBULIZER (fabricada por Hosokawa Micron Corp.) y similares.

Además, en esta etapa, cuando se usa un tensioactivo no iónico, puede añadirse un agente de elevación del punto de fusión al tensioactivo no fónico, que es un compuesto orgánico no fónico soluble en agua (denominado más adelante en el presente documento "agente de elevación del punto de fusión") que tienen un punto de fusión de desde 45º hasta 100ºC y un peso molecular de desde 1.000 hasta 30.000, o una disolución acuosa del agente de elevación del punto de fusión, antes de añadir un tensioactivo, simultáneamente a la adición de un tensioactivo, en el transcurso de la adición de un tensioactivo, tras añadir un tensioactivo o mezclándolo previamente con un tensioactivo. Mediante la adición del agente de elevación del punto de fusión pueden suprimirse las propiedades de aglutinación y la propiedad de exudación de los tensioactivos en las partículas de detergente. Ejemplos del agente de elevación del punto de fusión que pueden usarse en la presente invención incluyen polietilenglicoles, propilenglicoles, alquil éteres de polioxietileno, tensioactivos no iónicos plurónicos y similares.

La cantidad del agente de elevación del punto de fusión usado es preferiblemente desde 0,5 hasta 5 partes en peso, más preferiblemente desde 0,5 hasta 3 partes en peso, basándose en 100 partes en peso de las partículas de base. La cantidad está preferiblemente en el intervalo anterior desde el punto de vista de los aspectos de mantener la propiedad de núcleo único de la partícula de detergente contenida en las partículas de detergente, que tienen disolubilidad de alta velocidad, y suprimir la propiedad de exudación y las propiedades de aglutinación. Como método para añadir el agente de elevación del punto de fusión, es sumamente ventajoso un método que comprende mezclar previamente un agente de elevación del punto de fusión con un tensioactivo de una manera arbitraria, o un método que comprende añadir un agente de elevación del punto de fusión tras añadir un tensioactivo, en la supresión de la propiedad de exudación y las propiedades de aglutinación de las partículas de detergente resultantes.

En cuanto a la temperatura dentro de la mezcladora, es más preferible que el mezclado se lleve a cabo mediante el calentamiento hasta una temperatura igual o superior al punto de fusión del tensioactivo. Aquí, la temperatura a la que va a calentarse es preferiblemente una temperatura superior al punto de fusión del tensioactivo añadido con el fin de potenciar el soporte del tensioactivo, y el intervalo práctico de temperatura es preferiblemente una temperatura superior al punto de fusión en 50ºC, más preferiblemente una temperatura superior al punto de fusión en de 10º a 30ºC. Además, en el caso en el que se añade un precursor ácido del tensioactivo aniónico en esta etapa, es más preferible mezclar los componentes tras calentar hasta una temperatura a la que puede reaccionar el precursor ácido del tensioactivo aniónico.

El tiempo de mezclado en un procedimiento discontinuo y el tiempo de retención promedio en el mezclado en un procedimiento continuo para obtener las partículas de detergente deseadas son preferiblemente desde 1 hasta 20 minutos, más preferiblemente desde 2 hasta 10 minutos.

Además, en el caso en el que se añade una disolución acuosa de un tensioactivo o una disolución acuosa de un agente de elevación del punto de fusión, puede incluirse una etapa de secar el contenido en agua en exceso durante el mezclado y/o tras el mezclado.

Puede añadirse un tensioactivo en polvo y/o un adyuvante en polvo para los detergentes antes de añadir un tensioactivo, simultáneamente con la adición de un tensioactivo, en el transcurso de la adición de un tensioactivo o tras añadir un tensioactivo. Mediante la adición del adyuvante en polvo puede controlarse el tamaño de partícula de las partículas de detergente y puede lograrse una mejora en la detergencia. Particularmente en el caso en el que se añade un precursor ácido del tensioactivo aniónico, es más eficaz añadir un adyuvante en polvo que muestre propiedad alcalina antes de añadir el precursor ácido, desde el punto de vista de acelerar la reacción de neutralización. Por otro lado, la expresión "adyuvante en polvo" mencionada en el presente documento, se refiere a un agente para intensificar la detergencia distinto a los tensioactivos que está en una forma en polvo. Ejemplos concretos del mismo incluyen materiales de base que muestran capacidad de captura de iones metálicos, tales como zeolita y citratos; materiales de base que muestran capacidad alcalinizante, tales como carbonato de sodio y carbonato de potasio; materiales de base que muestran tanto agente de captura de iones metálicos como capacidad alcalinizante, tales como silicatos cristalinos; y materiales de base que intensifican la fuerza iónica, tales como sulfato de sodio.

Además, pueden usarse como adyuvantes en polvo, silicatos cristalinos dados a conocer en la patente japonesa abierta a consulta por el público número 5-279013, columna 3, línea 17 a columna 6, línea 24 (en particular, son preferibles los preparados mediante un método que comprende calcinar y cristalizar a una temperatura de 500º a 1000ºC); la patente japonesa abierta a consulta por el público número 7-89712, columna 2, línea 45 a columna 9, línea 34; y la patente japonesa abierta a consulta por el público número 60-227895, página 2, parte inferior de la columna derecha, línea 18 a página 4, parte superior de la columna derecha, línea 3 (particularmente son preferibles los silicatos de la tabla 2). Aquí, pueden usarse favorablemente los silicatos de metales alcalinos que tienen una razón SiO_2/M_2O, en la que M es un metal alcalino, de desde 0,5 hasta 3,2, preferiblemente desde 1,5 hasta 2,6.

La cantidad del adyuvante en polvo usado es preferiblemente desde 0,5 hasta 12 partes en peso, más preferiblemente desde 1 hasta 6 partes en peso, basándose en 100 partes en peso de las partículas de base. Cuando la cantidad del adyuvante en polvo para detergentes usado está en el intervalo anterior, puede mantenerse la propiedad de núcleo único de la partícula de detergente contenida en las partículas de detergente, puede obtenerse una disolubilidad de alta velocidad excelente y puede controlarse favorablemente el tamaño de partícula.

5.4 *Etapa de modificación de la superficie*

En la presente invención, con el fin de modificar la superficie de la partícula de las partículas de detergente en las que se soporta el tensioactivo en la etapa (c), puede llevarse a cabo una etapa de modificación de la superficie que comprende añadir diversos agentes de recubrimiento de la superficie descritos más adelante, tales como (1) un polvo fino y (2) materiales líquidos como realizaciones para la adición. La etapa de modificación de la superficie puede llevarse a cabo en una etapa o puede repetirse en dos etapas.

Cuando se recubre la superficie de la partícula de las partículas de detergente de la presente invención, dado que es probable que se mejoren la fluidez y las propiedades de no aglutinación de las partículas de detergente, es preferible incluir la etapa de modificación de la superficie. Los dispositivos usados en la etapa de modificación de la superficie no se limitan a los especificados y puede usarse cualquiera de las mezcladoras conocidas. Es preferible usar las mezcladoras ejemplificadas en la etapa (c) anterior. A continuación se explicará cada uno de los agentes de recubrimiento de la superficie.

(1) *Polvo fino*

Es preferible que el tamaño de partícula promedio de la partícula primaria sea de 10 μm o inferior, más preferiblemente de desde 0,1 hasta 10 μm. Cuando el tamaño de partícula promedio está en este intervalo, es favorable desde los puntos de vista de mejoras en la razón de recubrimiento de la superficie de la partícula de las partículas de detergente, de modo que se mejoran la fluidez y la propiedad de antiaglutinación de las partículas de detergente. El tamaño de partícula promedio del polvo fino puede medirse mediante un método que utiliza dispersión de la luz, por ejemplo, mediante un analizador de partículas (fabricado por Horiba, LTD.), o puede medirse mediante una observa-

ción microscópica. Además, es preferible que el polvo fino tenga una alta capacidad de intercambio iónico o una alta capacidad alcalinizante desde el punto de vista del aspecto de la detergencia.

El polvo fino es deseablemente aluminosilicatos, que pueden ser cristalinos o amorfos. Además de los aluminosilicatos, también son preferibles polvos finos inorgánicos, tales como sulfato de sodio, silicato de calcio, dióxido de silicio, bentonita, talco, arcilla, derivados de sílice amorfa, compuestos de silicato tales como compuestos de silicato cristalinos y similares. Además, puede emplearse de manera similar, un jabón metálico y un tensioactivo en polvo (por ejemplo, alquilsulfatos) de los que las partículas primarias tienen un tamaño de 0,1 a 10 μm, y una sal soluble en agua. Cuando se usa el compuesto de silicato cristalino, se usa preferiblemente en mezcla con polvo fino distinto al compuesto de silicato cristalino con el fin de evitar el deterioro debido a la aglomeración de los silicatos cristalinos mediante la absorción de humedad y la absorción de CO_2 y similares.

La cantidad del polvo fino usado es preferiblemente desde 0,5 hasta 40 partes en peso, más preferiblemente desde 1 hasta 30 partes en peso, preferiblemente de manera particular desde 2 hasta 20 partes en peso, basándose en 100 partes en peso de las partículas de detergente. Cuando la cantidad del polvo fino está en el intervalo anterior se mejora la fluidez, dando de ese modo una buena textura para los consumidores.

(2) *Materiales líquidos*

Los materiales líquidos incluyen polímeros solubles en agua y ácidos grasos, que pueden añadirse en un estado de disoluciones acuosas o un estado fundido.

(2-1) *Polímero soluble en agua*

Ejemplos del polímero soluble en agua incluyen carboximetilcelulosa, polietilenglicoles y policarboxilatos tales como poliacrilatos de sodio y copolímeros de ácido acrílico y ácido maleado y sales de los mismos. La cantidad del polímero soluble en agua usado es preferiblemente de desde 0,5 hasta 10 partes en peso, más preferiblemente desde 1 hasta 8 partes en peso, preferiblemente de manera particular desde 2 hasta 6 partes en peso, basándose en 100 partes en peso de las partículas de detergente. Cuando la cantidad del polímero soluble en agua está en el intervalo anterior, puede obtenerse un polvo que muestra propiedades de fluidez y antiaglomeración excelentes, mientras que la partícula de detergente contenida en las partículas de detergente puede mantener su propiedad de núcleo único y tener disolubilidad de alta velocidad excelente.

(2-2) *Ácido graso*

Ejemplos del ácido graso incluyen ácidos grasos que tienen de 10 a 22 átomos de carbono. La cantidad del ácido graso usado es preferiblemente desde 0,5 hasta 5 partes en peso, más preferiblemente desde 0,5 hasta 3 partes en peso, basándose en 100 partes en peso de las partículas de detergente que comprenden la partícula de detergente de núcleo único. En el caso de éstos en estado sólido a temperatura ambiente, es preferible que se calienten hasta una temperatura que muestre fluidez y que después se suministren mediante pulverización.

6. *Composición detergente*

La composición detergente de la presente invención comprende (a) partículas de detergente que comprenden cada una una partícula de detergente de núcleo único y (b) componentes de detergente añadidos por separado, distintos al componente (a) (por ejemplo, colorantes fluorescentes, enzimas, perfumes, agentes antiespumantes, agentes de blanqueo, activadores de blanqueo y similares).

En este caso, la composición detergente comprende partículas de detergente que comprende la partícula de detergente de núcleo único de la presente invención, en una cantidad de preferiblemente el 50% en peso o superior, más preferiblemente del 60% en peso o superior, todavía más preferiblemente del 80% en peso o superior en la composición detergente, haciendo posible de ese modo proporcionar una composición detergente que tiene una disolubilidad de alta velocidad intensificada adicionalmente.

En la composición detergente anterior, en el proceso de disolver la composición detergente en agua, la partícula que constituye la composición detergente que libera una burbuja desde la parte interna de la partícula del tamaño de un décimo o más del tamaño de partícula de la partícula que constituye la composición detergente ocupa preferiblemente el 30% o más, más preferiblemente el 50% o más, todavía más preferiblemente el 80% o más, de la partícula que constituye la composición detergente completa.

La composición detergente de la presente invención tiene una disolubilidad de alta velocidad y puede confirmarse su disolubilidad de alta velocidad mediante el método tal como se describe en la sección 4.2.2 (en este caso, las "partículas de detergente" deben leerse como "composición detergente").

Ejemplos

Preparación de la partícula de base

Las partículas de base 1 se prepararon mediante los siguientes procedimientos.

Se añadieron 465 kg de agua a un recipiente de mezclado de 1 m^3 que tiene impulsores de agitación. Una vez alcanzada la temperatura del agua de 55ºC, se añadieron al mismo 48 kg de una disolución acuosa de dodecilbencenosulfonato de sodio al 50% en peso y 135 kg de una disolución acuosa de poliacrilato de sodio al 40% en peso. Tras agitar la mezcla durante 15 minutos, se añadieron 120 kg de carbonato de sodio, 60 kg de sulfato de sodio, 9 kg de sulfito de sodio y 3 kg de un colorante. Tras agitar la mezcla resultante durante 15 minutos adicionales, se añadieron 300 kg de zeolita a la misma y la mezcla obtenida se agitó durante 30 minutos dando una suspensión uniforme. La temperatura final de esta suspensión fue de 58ºC. Además, el contenido en agua en esta suspensión fue del 50% en peso y la tasa de disolución de los componentes acuosos (poliacrilato de sodio, carbonato de sodio, sulfato de sodio y sulfito de sodio) fue del 100%.

Esta suspensión se pulverizó con una boquilla de pulverización a presión dispuesta cerca de la parte superior de una torre de secado por pulverización a una presión de pulverización de 25 kg/cm^2. Se suministró gas a alta temperatura alimentado a la torre de secado por pulverización desde la parte inferior de la torre a una temperatura de 225ºC y se expulsó desde la parte superior de la torre a una temperatura de 105ºC. En la tabla 1 se muestra la composición de las partículas de base 1 resultantes y las propiedades de las mismas. Además, en lo que se refiere a las partículas de base 1, en la figura 8 se muestra un ejemplo de una imagen de SEM de una sección transversal de división cuando se mide el tamaño de partícula y el tamaño de poro de una parte interna de la partícula. Por otro lado, con respecto a las partículas de base 1, se confirmó que los poros con un tamaño de poro de desde 1/10 hasta 4/5 el tamaño de partícula se encontraban en el 88% de la partícula (aquí, un valor promedio para el tamaño de poro/tamaño de partícula en el 88% anterior de la partícula fue 3,1/5.).

TABLA 1

	Partículas de base			
	1	2	3	4
Composición de las partículas de base (% en peso)				
Componente A				
Zeolita*1	50	50	67	40
Componente B				
Poliacrilato de sodio *2	9	9	9	15
Componente C				
Carbonato de sodio *3	20	20	17	28
Sulfato de sodio	10	10	-	10
Sulfito de sodio	1,5	1	1	1
Otros				
Dodecilbencenosulfonato de sodio *4	4	4	-	-
Componentes auxiliares (colorantes, etc.) *5	0,5	1	1	1
Agua	5	5	5	5
Formaciones de suspensión				
Contenido en agua de la suspensión	50	42	38	54

acuosa (% en peso)				
Tasa de disolución de los componentes solubles en agua (% en peso)	100	90	100	100
Secado por pulverización				
Temperatura de suministro del gas(°C)	225	227	234	228
Temperatura de escape del gas (°C)	105	106	109	108
Presión de pulverización (kg/cm^2)	25	25	25	25
Propiedades de las partículas de base				
Densidad aparente (g/litro)	620	640	720	610
Tamaño de partícula promedio (µm)	225	235	250	215
Resistencia de la partícula (kg/cm^2)	250	320	370	230
Capacidad de soporte (ml/100g)	52	48	44	65
Contenido en agua (% en peso)	5	3,2	3,4	3,0

Observaciones sobre la tabla 1:

*1): Zeolita tipo A4, tamaño de partícula promedio: 3,5 µm (fabricada por Tosoh Corporation).

*2): Peso molecular promedio: 10000.

*3): "DENSE ASH" (fabricado por Central Glass Co., Ltd.).

*4): "NEOPELEX F65" (fabricado por Kao Corporation).

*5): Colorante fluorescente "TINOPAL CBS-X" (fabricado por Ciba-Geigy).

Se prepararon las partículas de base 2 a 4 de la misma manera que anteriormente. En la tabla 1 se muestran la composición y las propiedades de cada una de las partículas de base. Además, en lo que se refiere a cada una de las partículas de base 2 a 4, en las figuras 9 a 11 se muestran ejemplos de imágenes de SEM de una sección transversal de división cuando se mide el tamaño de partícula y el tamaño de poro de una parte interna de la partícula. Con respecto a las partículas de base 2, se confirmó que los poros con un tamaño de poro de desde 1/10 hasta 4/5 el tamaño de partícula se encontraban en el 85% de la partícula (aquí, un valor promedio para el tamaño de poro/tamaño de partícula en el 85% anterior de la partícula fue 2,2/5.). Con respecto a las partículas de base 3, se confirmó que los poros con un tamaño de poro de desde 1/10 hasta 4/5 el tamaño de la partícula se encontraban en el 91% de la partícula (aquí, un valor promedio para el tamaño de poro/tamaño de partícula en el 91% anterior de la partícula fue 1,3/5.). Con respecto a las partículas de base 4, se confirmó que los poros con un tamaño de poro de desde 1/10 hasta 4/5 el tamaño de la partícula se encontraban en el 72% de la partícula (aquí, un valor promedio para el tamaño de poro/tamaño de partícula en el 72% anterior de la partícula fue 3,4/5.).

Además, estas partículas de base se analizaron mediante FT-IR/PAS, observación al SEM y EDS. Como resultado, se confirmó que las partículas de base tenían una estructura de partícula de tipo recubrimiento en la que la proporción de la zeolita era alta en la parte interna de la partícula y el polímero soluble en agua y las sales solubles en agua estaban en buena parte presentes cerca de la superficie de la partícula.

Ejemplo 1

Las partículas de detergente de la presente invención se obtuvieron soportando un tensioactivo a las partículas de base 1 en una proporción mostrada en la tabla 2. Se calentaron veintitrés partes en peso de un tensioactivo no fónico mostrado en la tabla 2 hasta una temperatura de 50ºC. A continuación, se suministraron 100 partes en peso de las partículas de base en la mezcladora Ládige (fabricada por Matsuzaka Giken Co., Ltd.; capacidad: 20 litros; equipada con una camisa) y se inició la agitación con la mezcladora que tiene un eje principal (150 rpm) y una cortadora (4.000 rpm). Por otro lado, se suministró agua calentada de 60ºC en la camisa a una velocidad de flujo de 10 litros/minuto. A la mezcladora anterior se añadió el tensioactivo no iónico en un periodo de 2 minutos y después se agitó la mezcla añadida durante 4 minutos y se descargó la mezcla resultante.

En la tabla 2 se muestran las propiedades de las partículas de detergente resultantes.

TABLA 2

	Ejemplos					Ej. comp.
	1	2	3	4	5	1
Composición						
Partículas de base 1	100	100	100	100	100	100 *8
Tensioactivo no iónico						
Alquil éter de polioxietileno *1	23	21	15	15	20	15
Tensioactivo aniónico						
LAS-Na *2	-	-	15	-	-	15
Precursor ácido de tensioactivo aniónico						
LAS-Tipo ácido *3	-	-	-	15	-	-
Ácido palmítico *4	-	-	-	-	3	-
Agente de elevación del punto de fusión del tensioactivo no iónico						
Polietilenglicol *5	-	2	1	1	-	1
Adyuvante alcalino						
Ceniza densa (pulverizada hasta obtener un tamaño de partícula promedio de 10 µm)	-	-	-	-	3	-
Agente de recubrimiento de superficie (polvo fino)						
Aluminosilicato cristalino *6	-	10	10	10	-	8	10
Aluminosilicato amorfo *7	-	-	-	-	5	-	-
Propiedades						
Tamaño de partícula promedio [µm]	230	235	240	240	270	260	255
Grado de crecimiento de la partícula	1,02	1,04	1,07	1,07	1,20	1,16	1,67
Densidad aparente (g/litro)	620	640	650	660	680	650	610
Tasa de disolución tras sesenta segundos [%]	99	99	98	97	97	95	91
Tasa de disolución tras treinta segundos [%]	96	96	94	93	90	92	83
Observación en SEM de sección transversal de división	Núcleo único						Núcleo múltiple

Observaciones de la tabla 2:

*1: "EMULGEN 108KM", número molar adicional promedio de óxido de etileno: 8,5 [fabricado por Kao Corporation]

*2: "NEOPELEX F65" (dodecilbencenosulfonato de sodio) [fabricado por Kao Corporation]

*3: "NEOPELEX FS" (ácido dodecilbencenosulfónico) [fabricado por Kao Corporation]

*4: "LUNAC P-95" [fabricado por Kao Corporation].

*5: "K-PEG 6000" peso molecular promedio: 8.500 [fabricado por Kao Corporation].

*6: Zeolita tipo A4, tamaño de partícula promedio: 3,5 μm [fabricada por Tosoh Corporation].

*7: Producto preparado en el ejemplo de preparación 2 de la patente japonesa abierta a consulta por el público número 9-132794, tamaño de partícula promedio: 8 μm.

*8: Partículas obtenidas mediante la clasificación y la recogida de partículas intercaladas entre una abertura de tamiz de 125 μm y una abertura de tamiz de 180 μm.

Todas las cantidades se expresan en partes en peso.

Se midió la parte hueca de las partículas de detergente. Como resultado, se encontró que los poros con un tamaño de poro de 1/10 a 4/5 el tamaño de partícula se encontraban en el 86% de la partícula.

Además, se observó el comportamiento de disolución de las partículas de detergente mediante un microscopio digital. Como resultado, se confirmó que se liberaba una burbuja con un tamaño de 1/10 o más del tamaño de partícula a partir del 87% de la partícula (aquí, un valor promedio para el tamaño una burbuja liberada/tamaño de partícula en el 87% anterior de la partícula fue 3,0/5.). Además, la superficie de las partículas de detergente se recubrió en superficie con 10 partes en peso de un aluminosilicato cristalino. Las propiedades de las partículas de detergente resultantes fueron de manera que se mantuvo su disolubilidad y se mejoró la fluidez.

Ejemplo 2

Las partículas de detergente de la presente invención se obtuvieron añadiendo a las partículas de base 1 una disolución de tensioactivo no iónico mezclada previamente con un polietilenglicol mostrado en la tabla 2.

Se calentaron veintiuna partes en peso de un tensioactivo no iónico y 2 partes en peso de un polietilenglicol cada uno mostrado en la tabla 2 hasta una temperatura de 70ºC, para preparar una mezcla líquida. A continuación, se suministraron 100 partes en peso de las partículas de base en la misma mezcladora que en el ejemplo 1 y se inició la agitación con la mezcladora que tiene un eje principal (150 rpm) y una cortadora (4.000 rpm). Por otro lado, se suministró agua calentada de 75ºC en la camisa a una velocidad de flujo de 10 litros/minuto. A la mezcladora anterior se añadió la mezcla líquida en un periodo de 2 minutos y después se agitó la mezcla añadida durante 4 minutos. Además, la superficie de la partícula de las partículas de detergente se recubrió en superficie con 10 partes en peso de un aluminosilicato cristalino.

En la tabla 2 se muestran las propiedades de las partículas de detergente resultantes.

Se midió la parte hueca de las partículas de detergente. Como resultado, se encontró que los poros con un tamaño de poro de 1/10 a 4/5 el tamaño de partícula se encontraban en el 87% de la partícula. En la figura 12 se muestra un ejemplo de una imagen de SEM de una sección transversal de división cuando se mide el tamaño de partícula y el tamaño de poro de una parte interna de la partícula para las partículas de detergente.

Además, se observó el comportamiento de disolución de las partículas de detergente de la misma manera que en el ejemplo 1. Como resultado, se confirmó que se liberaba una burbuja con un tamaño de 1/10 o más del tamaño de partícula a partir del 89% de la partícula (aquí, un valor promedio para el tamaño una burbuja liberada/tamaño de partícula en el 89% anterior de la partícula fue 2,8/5.). Además, mediante la inclusión del polietilenglicol, pueden mejorarse

adicionalmente las propiedades de antiaglutinación de las partículas de detergente y puede suprimirse adicionalmente la exudación del tensioactivo no iónico.

Ejemplo 3

Las partículas de detergente de la presente invención se obtuvieron añadiendo a las partículas de base 1, tensioactivos y otros componentes en las proporciones mostradas en la tabla 2.

Se calentaron quince partes en peso de un tensioactivo no iónico, 15 partes en peso de un tensioactivo aniónico y 1 parte en peso de un polietilenglicol, mostrados cada uno en la tabla 2, hasta una temperatura de 70ºC y se mezclaron, para preparar una mezcla líquida. Posteriormente, se obtuvieron las partículas de detergente mediante los mismos procedimientos que en el ejemplo 2 excepto en que se añadió la mezcla líquida a la mezcladora en un periodo de 3 minutos y después se agitó la mezcla añadida durante 5 minutos.

En la tabla 2 se muestran las propiedades de las partículas de detergente resultantes.

Se midió la parte hueca de las partículas de detergente. Como resultado, se encontró que los poros con un tamaño de poro de 1/10 a 4/5 el tamaño de partícula se encontraban en el 90% de la partícula.

Además, se observó el comportamiento de disolución de las partículas de detergente de la misma manera que en el ejemplo 1. Como resultado, se confirmó que se liberaba una burbuja con un tamaño de 1/10 o más del tamaño de partícula a partir del 88% de la partícula (aquí, un valor promedio para el tamaño una burbuja liberada/tamaño de partícula en el 88% anterior de la partícula fue 2,7/5.).

Ejemplo 4

Como un método de añadir un tensioactivo aniónico, se usó un precursor ácido de un tensioactivo aniónico de una manera tal que se suministró un tensioactivo no fónico en una mezcladora sin mezclar con el precursor ácido, y después se suministró un precursor ácido de un tensioactivo aniónico (ácido dodecilbencenosulfónico) en la mezcladora para obtener las partículas de detergente de la presente invención. Como partículas de base se usaron las partículas de base 1.

Se calentaron quince partes en peso de un tensioactivo no fónico y 1 parte en peso de un polietilenglicol, que se muestran en la tabla 3, hasta una temperatura de 70ºC y se mezclaron para preparar una mezcla liquida. A continuación, se suministraron 100 partes en peso de partículas de base en la misma mezcladora que en el ejemplo 1 y se inició la agitación con la mezcladora que tiene un eje principal (150 rpm) y una cortadora (4.000 rpm). Por otro lado, se suministró agua calentada de 75ºC en la camisa a una velocidad de flujo de 10 litros/minuto. A la mezcladora anterior se añadió la mezcla líquida en un periodo de 2 minutos y después se agitó la mezcla añadida durante 3 minutos. A continuación, se suministraron 15 partes en peso de un precursor ácido de un tensioactivo aniónico calentado hasta 45ºC en un periodo de 2 minutos y después se agitó la mezcla añadida durante 4 minutos. Además, la superficie de la partícula de las partículas de detergente se recubrió en superficie con 5 partes en peso de un aluminosilicato cristalino.

En la tabla 2 se muestran las propiedades de las partículas de detergente resultantes.

Se midió la parte hueca de las partículas de detergente. Como resultado, se encontró que los poros con un tamaño de poro de 1/10 a 4/5 el tamaño de partícula se encontraban en el 85% de la partícula.

Además, se observó el comportamiento de disolución de las partículas de detergente de la misma manera que en el ejemplo 1. Como resultado, se confirmó que se liberaba una burbuja con un tamaño de 1/10 o más del tamaño de partícula a partir del 86% de la partícula (aquí, un valor promedio para el tamaño una burbuja liberada/tamaño de partícula en el 86% anterior de la partícula fue 2,8/5.).

Ejemplo 5

Las partículas de detergente de la presente invención se obtuvieron mediante la adición de tensioactivos y otros componentes a las partículas de base 1 en las proporciones mostradas en la tabla 2.

Se calentaron veinte partes en peso de un tensioactivo no iónico mostrado en la tabla 2 hasta una temperatura de 50ºC. A continuación, se suministraron 100 partes en peso de las partículas de base en la misma mezcladora como en el ejemplo 1, y se inició la agitación con la mezcladora que tiene un eje principal (150 rpm) y una cortadora (4.000 rpm). Por otro lado, se suministró agua calentada de 75ºC en la camisa a una velocidad de flujo de 10 litros/minuto. A la mezcladora anterior, se añadió el tensioactivo no iónico en un periodo de 2 minutos, y después se agitó la mezcla añadida durante 4 minutos. A continuación, se suministraron a ella 3 partes en peso de un adyuvante alcalino mostrado en la tabla 2 y la se agitó mezcla durante un minuto. Después, se suministró en ella un producto fundido de un precursor ácido de un tensioactivo aniónico mostrado en la tabla 2 a 80ºC y se agitó la mezcla durante 2 minutos y se descargó la mezcla resultante. Además, la superficie de las partículas de detergente se recubrió en superficie con 8 partes en peso de un aluminosilicato cristalino.

En la tabla 2 se muestran las propiedades de las partículas de detergente resultantes.

Se midió la parte hueca de las partículas de detergente. Como resultado, se encontró que los poros con un tamaño de poro de 1/10 a 4/5 el tamaño de partícula se encontraban en el 86% de la partícula.

Además, se observó el comportamiento de disolución de las partículas de detergente de la misma manera que en el ejemplo 1. Como resultado, se confirmó que se liberaba una burbuja con un tamaño de 1/10 o más del tamaño de partícula a partir del 88% de la partícula (aquí, un valor promedio para el tamaño una burbuja liberada/tamaño de partícula en el 88% anterior de la partícula fue 2,9/5.).

Ejemplo comparativo 1

Se obtuvieron las partículas de detergente de la misma manera que en el ejemplo 3 excepto por el uso como partículas de base de las partículas clasificadas entre la abertura de tamiz de 125 μm y la abertura de tamiz de 180 μm mediante el tamizado de las partículas de base 1.

En la tabla 2 se muestran las propiedades de la partícula de detergente resultante.

Se observó la sección transversal de división de la partícula de detergente mediante SEM. Como resultado, se confirmó que la partícula de detergente tenía una estructura de partícula de la partícula de detergente de núcleos múltiples. Además, se observó el comportamiento de disolución de las partículas de detergente de la misma manera que en el ejemplo 1. Como resultado, se confirmó que se liberaba una burbuja con un tamaño de 1/10 o más del tamaño de partícula a partir del 68% de la partícula (aquí, un valor promedio para el tamaño de una burbuja liberada/tamaño de partícula en el 68% anterior de la partícula fue 1,5/10.).

Ejemplo 7

La composición detergente de la presente invención se obtuvo mediante la adición de gránulos enzimáticos a las partículas de detergente del ejemplo 3 en una proporción mostrada en la tabla 3. En la tabla 3 se muestran las propiedades de la composición detergente resultante.

TABLA 3

	Ejemplo 7	Ejemplo comparativo 2
Composición		
Partículas de detergente	100 Partes (Ejemplo 3)	100 Partes (Ejemplo 6)
Gránulos enzimáticos	4 Partes	2 Partes
Propiedades		
Tamaño de partícula promedio [μm]	245	260
Densidad aparente [g/litro]	670	620
Tasa de disolución tras sesenta segundos [%]	96	91
Tasa de disolución tras treinta segundos [%]	91	82

Ejemplo comparativo 2

La composición detergente se obtuvo mediante la adición de gránulos enzimáticos a las partículas de detergente del ejemplo 6 en una proporción mostrada en la tabla 3. En la tabla 3 se muestran las propiedades de la composición detergente resultante.

Por otro lado, la enzima en los gránulos enzimáticos en la tabla 3 es “Savinasa 18T tipo W” fabricada por Novo Industry.

Aplicabilidad industrial

Según la presente invención, pueden proporcionarse partículas de detergente que tienen disolubilidad de alta velocidad y una composición detergente que comprende estas partículas de detergente. Mediante la presente invención, puede lograrse no sólo un efecto de mejora de la detergencia mediante la elución más rápidamente de los componentes de detergente en la tina de lavado, sino también un notable efecto en la detergencia, en la que no se producen sustancialmente partículas insolubles restantes de detergentes ni siquiera cuando se lava con una baja potencia mecánica o durante un corto periodo de tiempo, tal como un ciclo de lavado a mano, un ciclo de agitación suave y un ciclo de velocidad empleados generalmente en las lavadoras completamente automáticas actuales.

REIVINDICACIONES

1. Partículas de detergente de núcleo único que tienen un tamaño de partícula promedio de desde 150 hasta 500 μm y una densidad aparente de 500 g/litro o superior, en las que las partículas de detergente comprenden al menos el 60% en peso de partículas de detergente que tienen poros en la parte interna de las mismas que tienen un tamaño de un décimo a cuatro quintos del tamaño de partícula y que pueden liberar una burbuja desde una parte interna de la partícula de detergente en un proceso de disolución de la partícula de detergente en agua, teniendo la burbuja un tamaño de un décimo o más del tamaño de partícula de la partícula de detergente; en las que las partículas de detergente son un conjunto de partículas de detergente que comprende partículas de base que comprenden el 20 - 90% en peso de un compuesto inorgánico insoluble en agua, el 2 - 30% en peso de un polímero soluble en agua y el 5 - 70% en peso de una sal soluble en agua y un tensioactivo soportado por la partícula de base, en las que la partícula de base tiene una estructura localizada en la que están presentes porciones mayores del polímero soluble en agua y de la sal soluble en agua cerca de la superficie de la partícula de base en lugar de en la parte interna de la misma; y en las que las partículas de detergente tienen (a) una tasa de disolución del 90% o superior, bajo condiciones en las que las partículas de detergente se suministran en agua a 5ºC y se agitan durante 60 segundos bajo las condiciones de agitación definidas a continuación o (b) una tasa de disolución del 82% o superior bajo condiciones en las que las partículas de detergente se suministran en agua a 5ºC y se agitan durante 30 segundos bajo las condiciones de agitación definidas a continuación:

se suministra 1 g de las partículas de detergente a un vaso de precipitados de un litro que tiene un diámetro interno de 105 mm que está cargado con un litro de agua dura que tiene 71, 2 mg de $CaCO_3$/litro, en el que una razón molar de Ca/Mg es 7/3, y se agita con una barra de agitación de 35 mm de longitud y 8 mm de diámetro a una velocidad de rotación de 800 rpm; y

se filtra con un tamiz convencional que tiene una abertura de tamiz de 74 μm tal como se define mediante la norma JIS Z 8801, en el que la tasa de disolución de las partículas de detergente se calcula mediante la ecuación (1):

$$\text{Tasa de disolución (\%)} = [1 - (T/S)] \times 100 \qquad (1)$$

en la que S es un peso (g) de las partículas de detergente suministradas; y T es un peso seco (g) de las partículas insolubles restantes de las partículas de detergente que permanecen sobre el tamiz cuando se filtra con el tamiz un líquido preparado en las condiciones de agitación anteriores, en el que las condiciones de secado para las partículas insolubles restantes se mantienen a una temperatura de 105ºC durante 1 hora, y después en un desecador con un gel de sílice a 25ºC durante 30 minutos.

2. Método para preparar las partículas de detergente según la reivindicación 1, que comprende las etapas de:

Etapa (a): preparar una suspensión que contiene un compuesto inorgánico insoluble en agua, un polímero soluble en agua y una sal soluble en agua, en la que el 60% en peso o más de los componentes solubles en agua que incluyen el polímero soluble en agua y la sal soluble en agua se disuelve en la suspensión;

Etapa (b): secar por pulverización la suspensión obtenida en la etapa (a) para preparar las partículas de base, en la que el gas a alta temperatura suministrado a la torre de secado está a desde 150 hasta 300ºC y en la que la temperatura del gas expulsado de la torre de secado es de 70 - 125ºC; y

Etapa (c): añadir un tensioactivo a las partículas de base obtenidas en la etapa (b) para soportar el tensioactivo de ese modo.

3. Composición detergente que comprende las partículas de detergente según la reivindicación 1, en una cantidad del 50% en peso o superior.

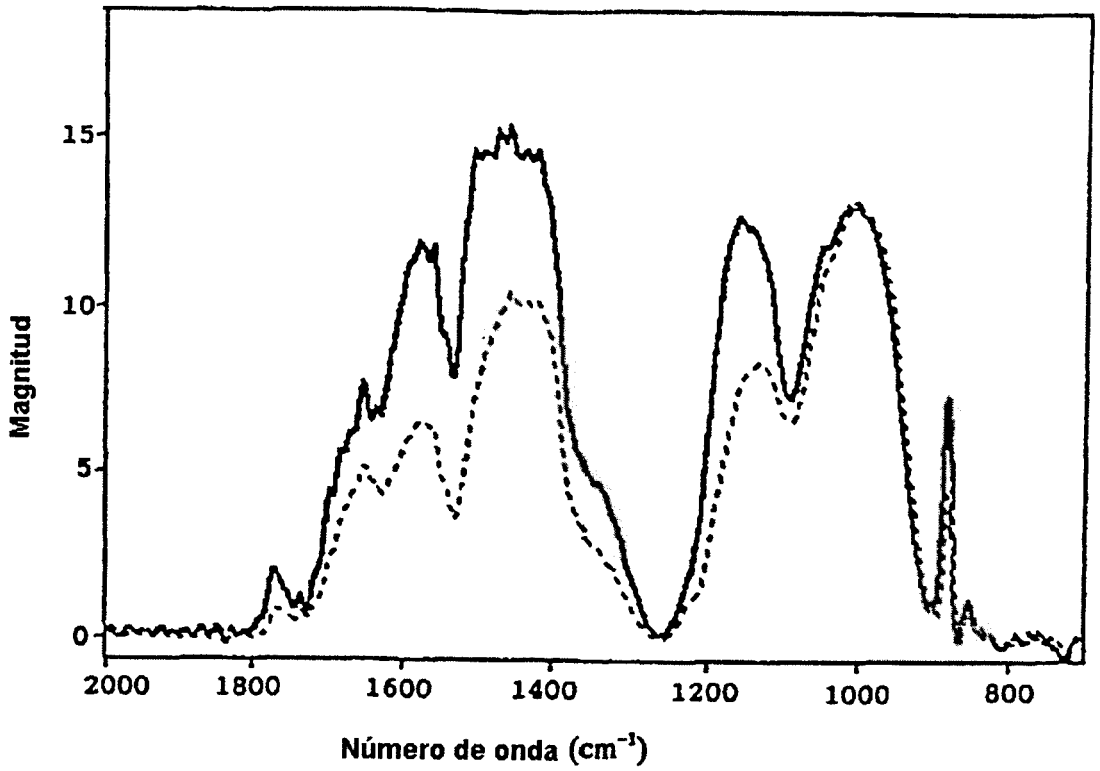

15
10
5
0
Magnitud
2000
1800
1600
1400
1200
1000
800
Número de onda (cm⁻¹)

FIG. 1

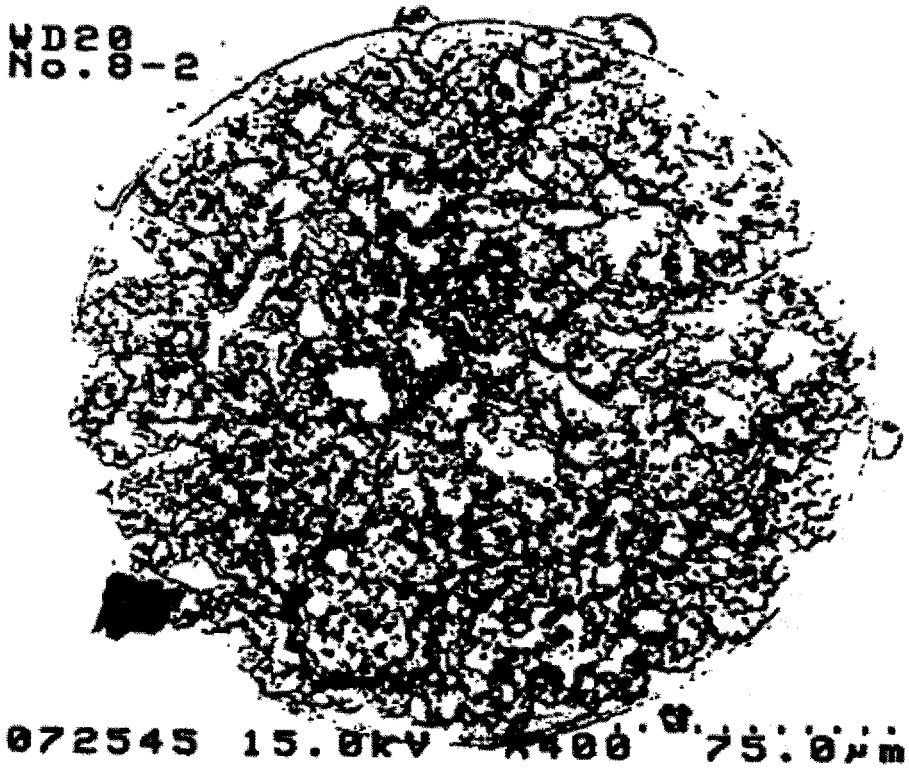


FIG. 2

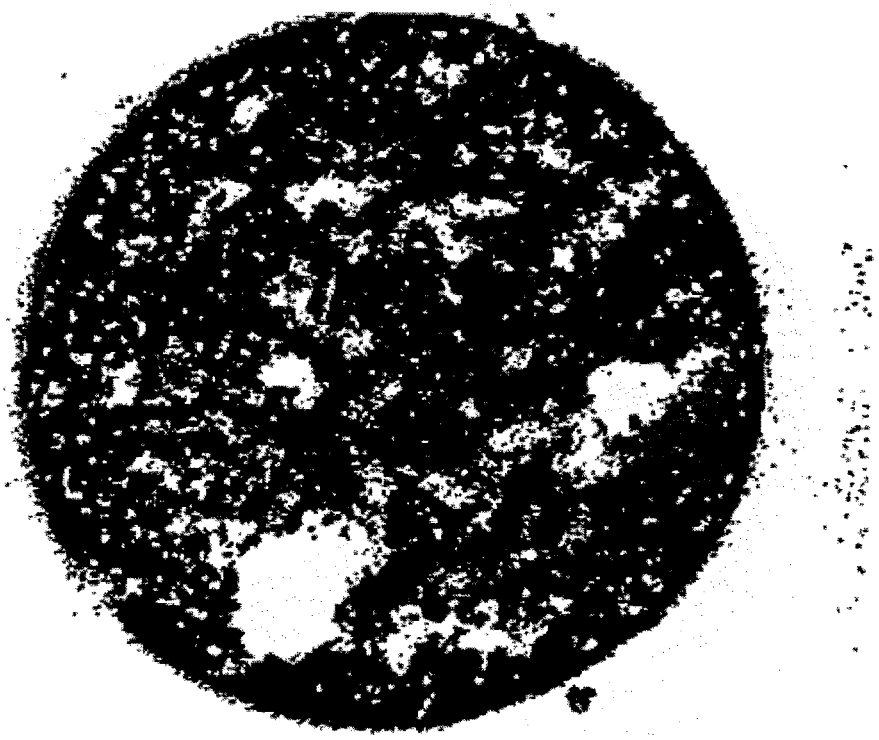


FIG. 3

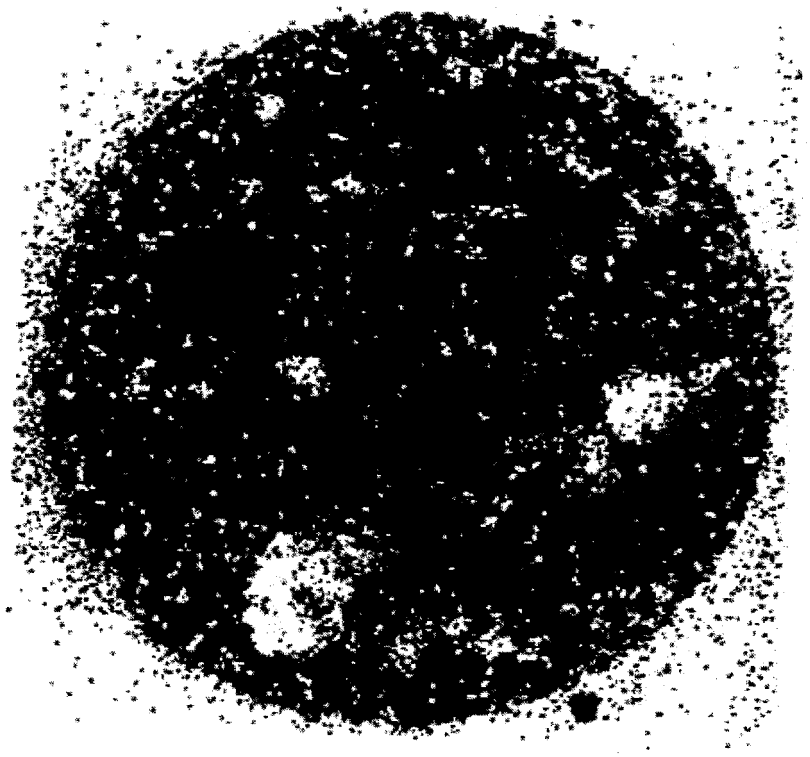


FIG. 4

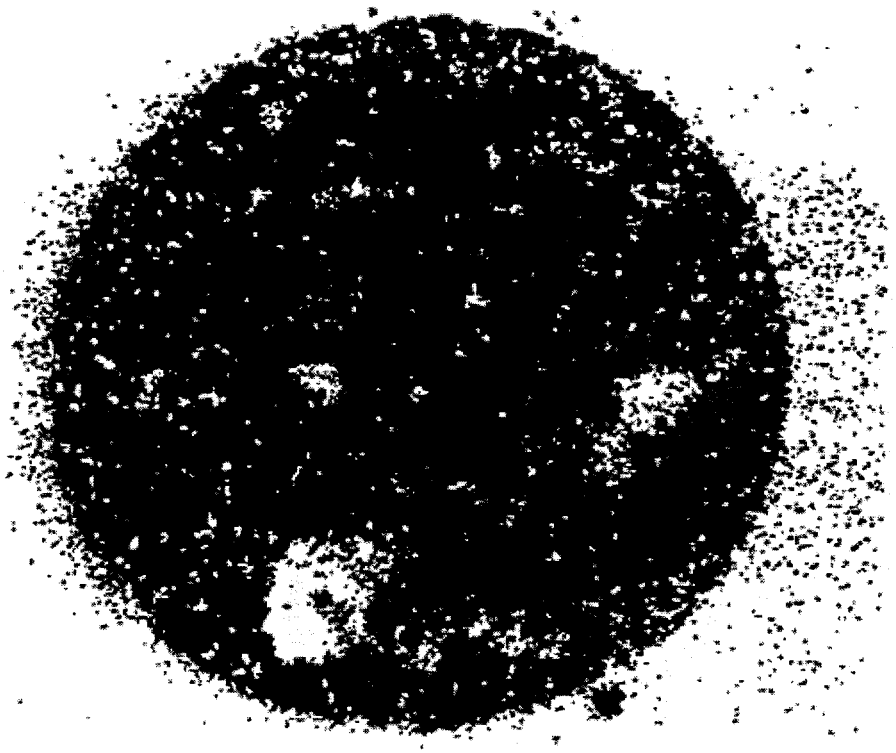


FIG. 5

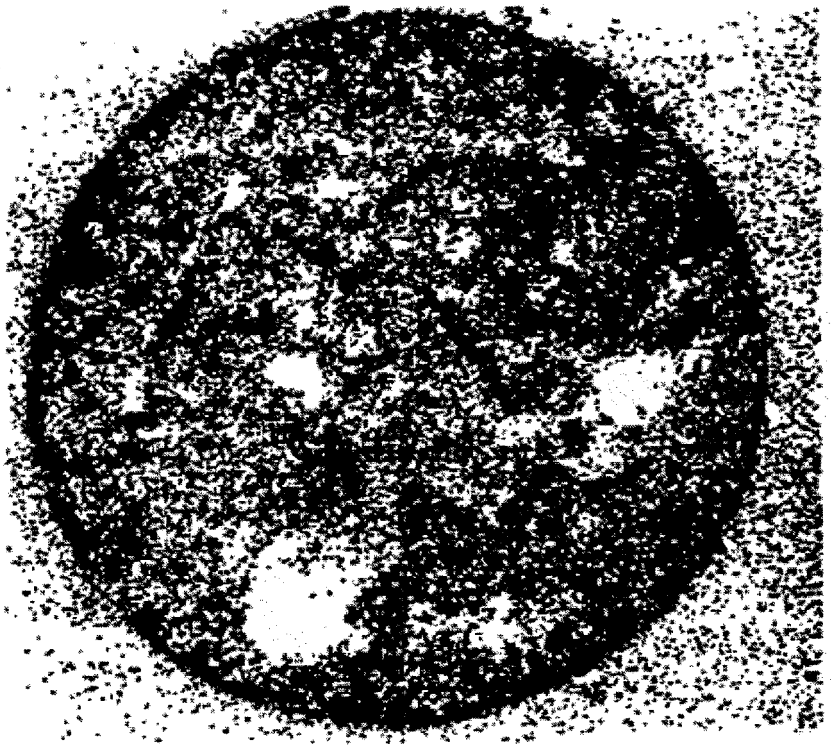


FIG. 6

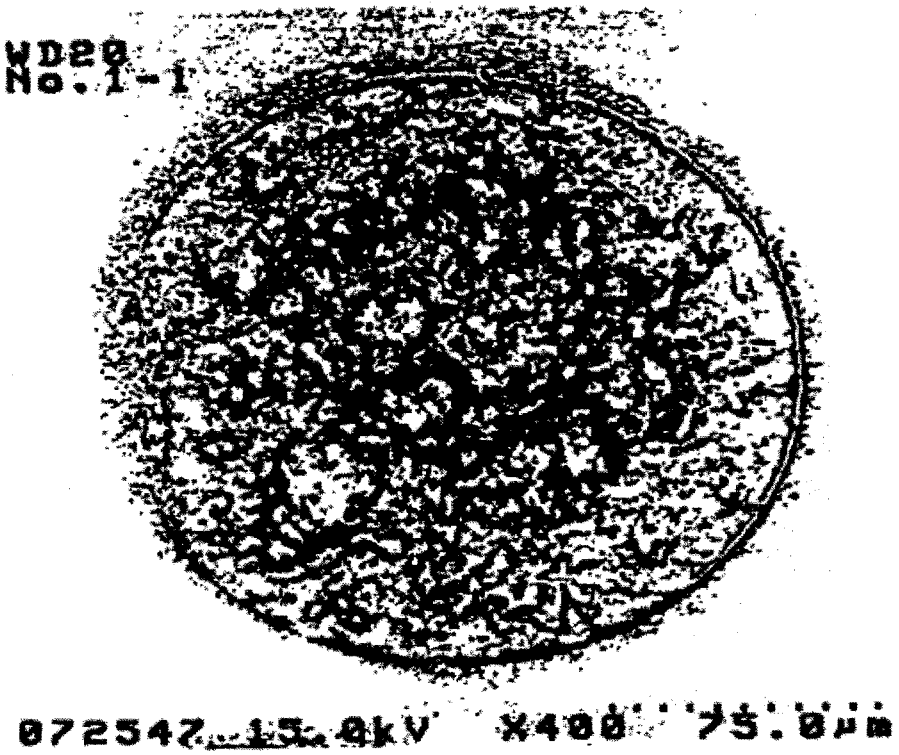


FIG. 7

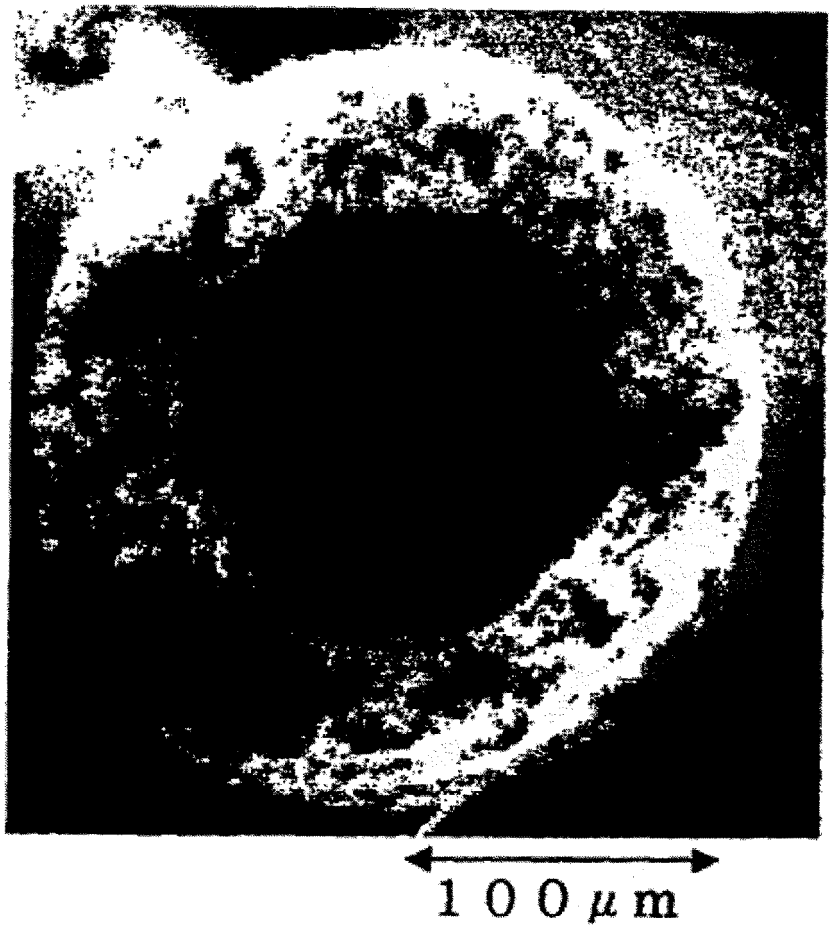


FIG. 8

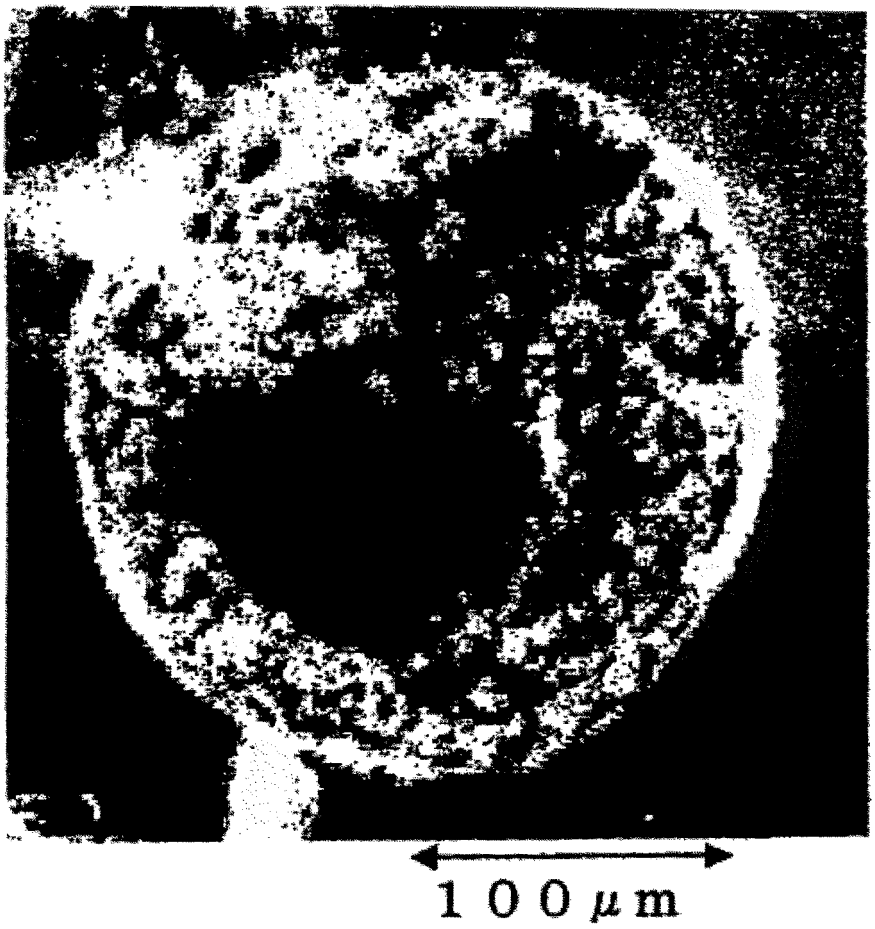


FIG. 9

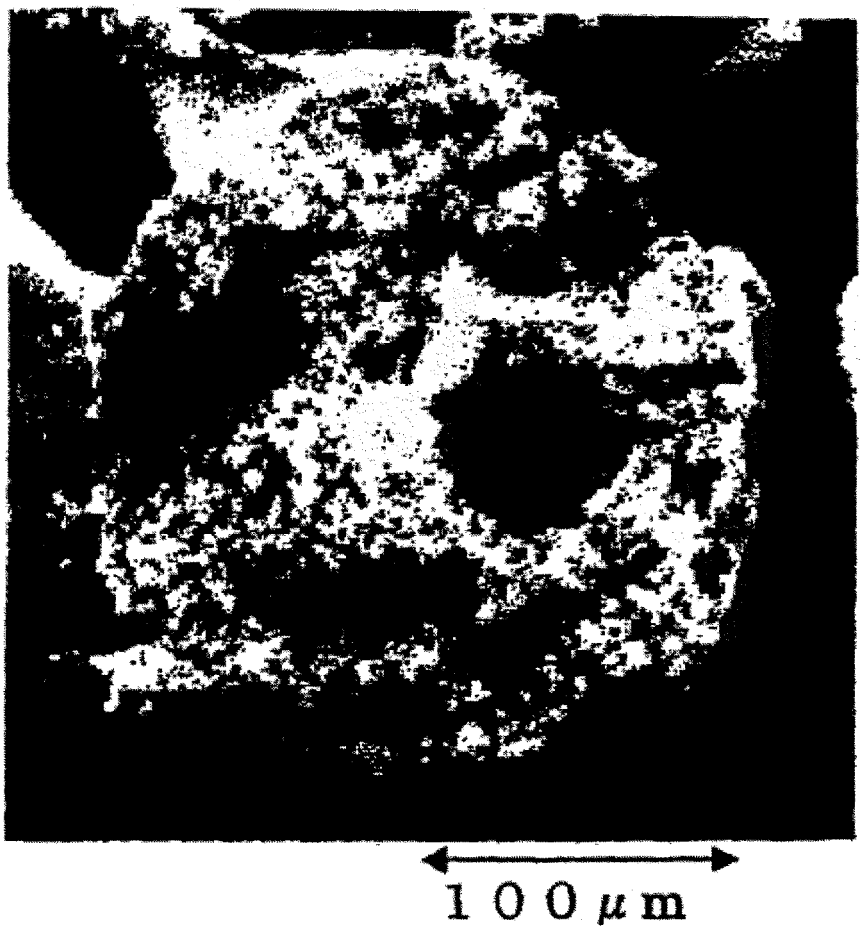


FIG. 10

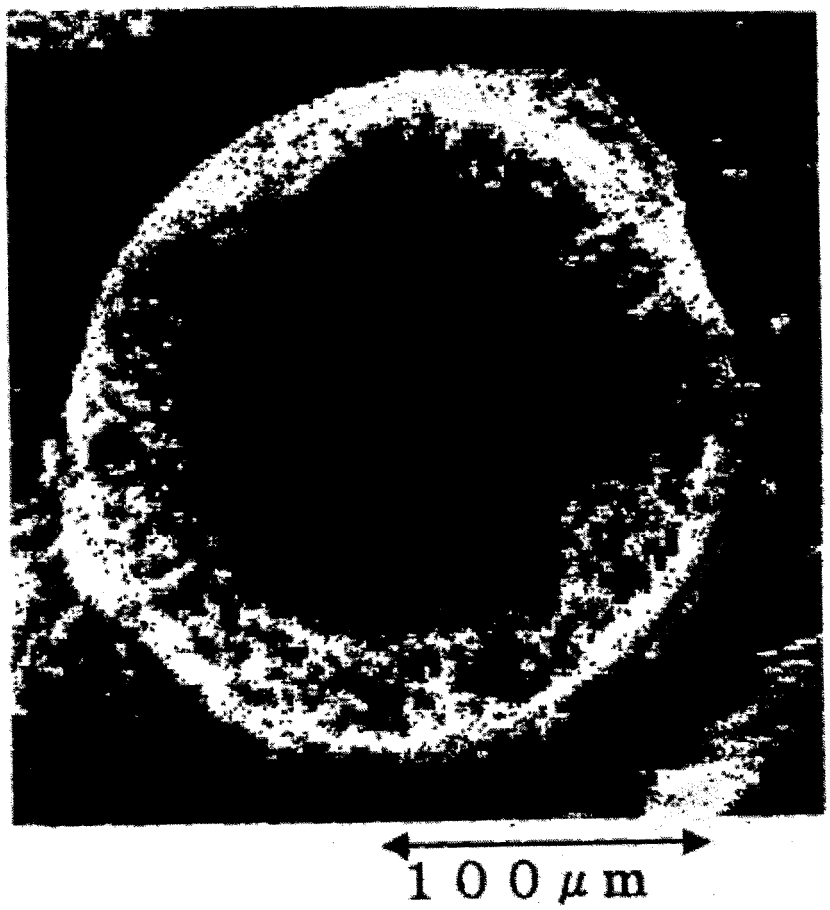


FIG. 11

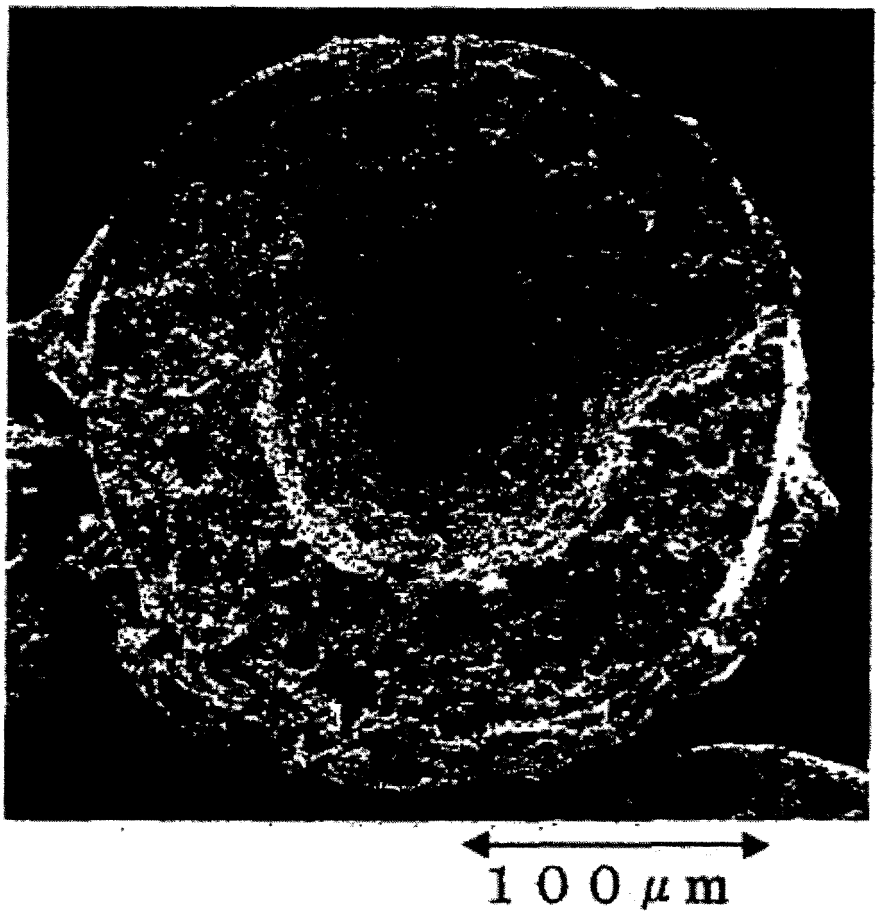


FIG. 12