

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 371 260**

51 Int. Cl.:
C01B 15/10 (2006.01)
C11D 3/39 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **05756681 .2**
96 Fecha de presentación: **28.06.2005**
97 Número de publicación de la solicitud: **1763487**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **21.03.2007**

54 Título: **PARTÍCULAS DE PERCARBONATO DE SODIO REVESTIDAS, PROCEDIMIENTO PARA SU PRODUCCIÓN, SU USO, Y COMPOSICIONES DETERGENTES QUE LAS CONTIENEN.**

30 Prioridad:
29.06.2004 EP 04103014

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
29.12.2011

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
29.12.2011

73 Titular/es:
**SOLVAY (SOCIÉTÉ ANONYME)
RUE DU PRINCE ALBERT 33
1050 BRUXELLES, BE**

72 Inventor/es:
**SÖNTGERATH, Alfred;
HECKEN, Gerd;
RABE, Jüergen H. y
VENBRUX, Henk L.J.**

74 Agente: **Lehmann Novo, Isabel**

ES 2 371 260 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 percarbonato de sodio revestidas, procedimiento para su producción, su uso, y composiciones detergentes que las contienen

5 La presente invención se refiere a partículas de percarbonato de sodio revestidas que presentan una estabilidad mejorada.

10 El uso de percarbonato de sodio (o carbonato de sodio peroxihidratado) como agente de blanqueo en composiciones detergentes para el lavado de tejidos doméstico o el lavado de vajilla es bien conocido. Habitualmente, tales composiciones detergentes contienen, entre otros componentes, zeolitas como material reforzante, enzimas, activadores del blanqueo y/o perfumes. Sin embargo, la interacción entre percarbonato de sodio y otros componentes de la formulación conduce a la descomposición progresiva del percarbonato, y por tanto a la pérdida del poder blanqueante, durante el almacenamiento y transporte de la composición. Se ha realizado un gran número de propuestas para superar este problema, interponiendo una capa entre el percarbonato de sodio y su entorno, denominada una capa de revestimiento. Por ejemplo, en la solicitud de patente británica GB 1538893, se usa sulfato de sodio como uno de los constituyentes de la capa de revestimiento, y en la solicitud internacional WO 15 96/14389 se usa una sal de magnesio. En la patente de los Estados Unidos US 4526698 se usa un borato. Estas capas de revestimiento conocidas dan como resultado ya una estabilidad mejorada cuando las partículas de percarbonato de sodio revestidas se usan en una formulación detergente. Sin embargo, esta estabilidad todavía se puede mejorar más aún.

20 El objetivo de la presente invención es proporcionar nuevas partículas de percarbonato de sodio revestidas que presentan una estabilidad mejorada a largo plazo cuando son almacenadas como tales o en un producto formulado durante un período prolongado antes de ser usadas, en comparación con partículas de percarbonato de sodio revestidas conocidas.

25 En consecuencia, la invención se refiere a partículas de percarbonato de sodio revestidas que tienen un tamaño medio de partículas de 300 a 1600 μm que contienen un núcleo de percarbonato de sodio rodeado por al menos una capa de revestimiento, comprendiendo la capa de revestimiento al menos un agente de revestimiento y partículas pequeñas de percarbonato de sodio de un tamaño medio de partículas más pequeño que 100 μm .

30 Una de las características esenciales de la presente invención reside en la presencia de partículas pequeñas de percarbonato de sodio en la capa de revestimiento que rodea a las partículas del núcleo de percarbonato de sodio. De hecho, que ha observado que, introduciendo partículas pequeñas de percarbonato de sodio en la capa de revestimiento, se mejora la estabilidad de las partículas revestidas de percarbonato de sodio, cuando se almacenan durante un período prolongado antes de usarlas. La presencia de estas partículas pequeñas en la capa de revestimiento se puede detectar usando el cartografiado de elementos mediante rayos X de energía dispersiva – microscopía electrónica de barrido de un elemento que está presente en el agente de revestimiento o en las partículas pequeñas de percarbonato de sodio (pero no en ambos), tal como magnesio o azufre, usando el siguiente equipo: FEI Quanta 200, EDX-System: Genesis de la compañía Edax, en las condiciones de medida: alto vacío, 30 kV. Las Figuras 1 y 2 muestran dos fotos típicas obtenidas con este método de percarbonato de sodio revestido que contiene en la capa de revestimiento partículas pequeñas de percarbonato de sodio. En estas figuras, el área alrededor de 1 corresponde a la capa de revestimiento, 2 corresponde a una partícula pequeña de percarbonato de sodio dentro de la capa de revestimiento, y el área alrededor de 3 corresponde a la partícula del núcleo.

40 Las partículas de percarbonato de sodio revestidas de la presente invención tienen un tamaño medio de partículas de al menos 300 μm , en particular al menos 400 μm , y más particularmente al menos 500 μm , siendo especialmente ventajosos los valores de al menos 600 μm . El tamaño medio de partículas es como máximo 1600 μm , especialmente como máximo 1400 μm , siendo los valores de como máximo 1000 μm los más comunes, por ejemplo como máximo 900 μm .

45 Las partículas del núcleo de percarbonato de sodio de la presente invención pueden consistir esencialmente en percarbonato de sodio. Pueden contener carbonato de sodio en una cantidad que habitualmente no excede 15% en peso de las partículas del núcleo, y/o pueden contener aditivos cuya cantidad habitualmente no excede 2% en peso de las partículas del núcleo. En una variante, las partículas del núcleo de percarbonato de sodio pueden contener hasta 4% en peso de una sal (tal como cloruro de sodio), hasta 10% en peso de carbonato de sodio, y hasta 4% en peso de aditivos. Los aditivos pueden ser estabilizantes seleccionados de estabilizantes inorgánicos (tales como silicatos de metal alcalino y metal alcalino-térreo soluble) o estabilizantes orgánicos (tales como sales de policarboxilato o polifosfonato, como tales o en forma ácida, por ejemplo poliaminocarboxilatos como EDTA o DTPA, o poliaminometilfosfonatos como EDTMPA, CDTMPA o DTPMPA, o hidroalquilenfosfonatos como hidroxietilidendifosfonato), o de mezclas de los anteriores.

55 Las partículas de un núcleo de percarbonato de sodio de la presente invención tienen generalmente un diámetro medio de al menos 300 μm , en particular al menos 400 μm , y más particularmente al menos 500 μm , siendo

especialmente ventajosos los valores de al menos 600 μm . El diámetro medio de las partículas del núcleo de percarbonato de sodio es habitualmente como máximo 1600 μm , especialmente como máximo 1400 μm , siendo los más habituales los valores de como máximo 1000 μm , por ejemplo como máximo 900 μm .

5 Según la presente invención, las partículas del núcleo de percarbonato de sodio están rodeadas por al menos una capa de revestimiento. Esto significa que la superficie de las partículas del núcleo de percarbonato de sodio ha sido tratada, al menos una vez, poniéndola en contacto con un agente de revestimiento o con una mezcla de agentes de revestimiento y partículas pequeñas de percarbonato de sodio de un tamaño medio de partículas menor que 100 μm , de forma que se deposita sobre la superficie de las partículas del núcleo una capa de ese agente o mezcla de revestimiento. Se recomienda tener una capa de revestimiento tan uniforme y homogénea como sea posible, 10 teniendo todo alrededor de la superficie de la partícula del núcleo una estructura química homogénea, un grosor homogéneo con los menos orificios como sea posible. La función de esta capa de revestimiento es proteger al material central del contacto con el medioambiente, y especialmente del contacto con la humedad presente en el medioambiente, que potencia la descomposición del material central.

15 El agente de revestimiento usado en la presente invención se puede escoger de agentes de revestimiento orgánicos o inorgánicos. Se prefieren agentes de revestimiento inorgánicos. Los agentes de revestimiento inorgánicos pueden contener uno o más materiales seleccionados de sales de metales alcalinos y/o metales alcalino-térreos (particularmente sodio o magnesio) de ácidos minerales u otros ácidos inorgánicos. Los ejemplos típicos incluyen sulfato, carbonato, bicarbonato, fosfato y/o fosfatos poliméricos, silicatos, boratos y los ácidos bóricos correspondientes. Las combinaciones particulares de agentes de revestimiento incluyen carbonato/silicato, y ácido 20 bórico o borato con sulfato y la combinación de a) sulfato, carbonato, carbonato/sulfato, bicarbonato, ácido bórico, borato, ácido bórico/sulfato o borato/sulfato, con b) silicato. Preferiblemente, el agente de revestimiento inorgánico contiene silicato de sodio, borato de sodio, ácido bórico, carbonato de sodio, sulfato de sodio, sulfato de magnesio o una de sus mezclas. El agente de revestimiento también puede ser el propio percarbonato de sodio, que se puede aplicar como una disolución de percarbonato de sodio o usando simultáneamente una disolución de carbonato de 25 sodio y una disolución de peróxido de hidrógeno.

Las partículas pequeñas de percarbonato de sodio usadas en la presente invención tienen un tamaño medio de partículas menor que 100 μm , en particular más pequeño que 90 μm , más particularmente más pequeño que 80 μm , dando buenos resultados los valores menores que 70 μm . Habitualmente, las partículas pequeñas de percarbonato de sodio tienen un tamaño medio de partículas de al menos 1 μm , especialmente al menos 5 μm , y muy a menudo 30 al menos 10 μm . Generalmente, al menos 90 (en particular al menos 95, y más particularmente al menos 99) % en peso de las partículas pequeñas de percarbonato de sodio tienen un diámetro por debajo de 250 μm (especialmente por debajo de 220 μm , y muy preferiblemente por debajo de 200 μm).

El tamaño medio de partículas de las partículas se mide usando un conjunto de tamices (que contiene al menos 6 tamices de abertura conocida de tamiz) para obtener varias fracciones, y pesando cada fracción. El tamaño medio 35 de partículas en μm (MPS) se calcula entonces según la fórmula

$$MPS = 0,005 \sum_{i=0}^n [m_i (k_i + k_{i+1})]$$

en la que n es el número de tamices (sin incluir la bandeja del tamiz), m_i es la fracción ponderal en % en el tamiz i, y k_i es la abertura del tamiz, en μm , del tamiz i. El índice i aumenta al aumentar la abertura del tamiz. La bandeja del tamiz se indica como el índice 0, y tiene una abertura de $k_0 = 0 \mu\text{m}$, y m_0 es el peso retenido en la bandeja del tamiz 40 tras el proceso de tamizado. k_{n+1} es igual a 1800 μm , y es el tamaño máximo considerado para el cálculo de MPS. Un conjunto típico de tamices que da resultados fiables se define según lo siguiente: $n = 6$; $k_6 = 1400 \mu\text{m}$; $k_5 = 1000 \mu\text{m}$; $k_4 = 850 \mu\text{m}$; $k_3 = 600 \mu\text{m}$; $k_2 = 425 \mu\text{m}$; $k_1 = 150 \mu\text{m}$.

Las partículas pequeñas de percarbonato de sodio usadas en la presente invención pueden estar sin revestir. Como alternativa, pueden estar revestidas.

45 El contenido de partículas pequeñas de percarbonato de sodio en la capa de revestimiento es generalmente al menos 1% en peso, en particular al menos 5% en peso, siendo preferidos los valores de al menos 10% en peso, siendo muy preferidos aquellos de alrededor de 15% en peso. El contenido es habitualmente como máximo 40% en peso, especialmente como máximo 30% en peso, siendo ventajosos los valores de como máximo 20% en peso.

La capa de revestimiento presente en las partículas de percarbonato de sodio revestidas de la presente invención 50 representa en general al menos 0,1% en peso de las partículas de percarbonato de sodio revestidas, en particular al menos 0,5% en peso, y muy preferiblemente al menos 1% en peso. La capa de revestimiento representa en muchos casos como máximo 50% en peso de las partículas de percarbonato de sodio revestidas, especialmente como máximo 35% en peso, y muy a menudo como máximo 20% en peso. Las cantidades de 0,1 a 50% en peso dan

buenos resultados.

Las partículas de percarbonato de sodio revestidas de la invención tienen una estabilidad mejorada, y especialmente una estabilidad mejorada a largo plazo. Esta estabilidad a largo plazo se puede expresar de dos formas diferentes. Según la primera forma, se expresa como producción de calor a 40°C medida después almacenar 1 g del producto durante 12 semanas a 40°C en una ampolla cerrada de 3,5 ml. La medida de la producción de calor mediante microcalorimetría consiste en usar el flujo térmico o el principio de fuga de calor usando un LKB2277 Bio Activity Monitor. El flujo térmico entre una ampolla que contiene las partículas de percarbonato de sodio revestidas y un baño de agua de temperatura controlada se mide y se compara con un material de referencia con un calor de reacción conocido. Esta estabilidad a largo plazo es generalmente menor que 5 $\mu\text{W/g}$, en particular menor que 4 $\mu\text{W/g}$, preferiblemente menor que 3 $\mu\text{W/g}$, y muy preferiblemente menor que 2 $\mu\text{W/g}$.

De acuerdo con la segunda manera, la estabilidad a largo plazo se expresa como la recuperación del Avox (o contenido de oxígeno disponible) después de almacenar 1 g del producto durante 8 semanas a 55°C en una ampolla cerrada de 3,5 ml. La recuperación del Avox corresponde a la diferencia entre el contenido de oxígeno disponible antes y después del almacenamiento, expresada como porcentaje del contenido de oxígeno disponible inicial. El contenido de oxígeno disponible se mide como se explica más abajo. Esta recuperación del Avox es en muchos casos al menos 70%, especialmente al menos 75%, siendo muy adecuados los valores de al menos 80%, prefiriéndose aquellos de al menos 85%.

Las partículas de percarbonato de sodio revestidas de la invención tienen habitualmente un contenido de oxígeno disponible de al menos 12,0% en peso, en particular al menos 13,0% en peso, siendo particularmente satisfactorios los contenidos de al menos 13,5% en peso. El contenido de oxígeno disponible es generalmente como máximo 15,0% en peso, en particular como máximo 14,0%, por ejemplo como máximo 14,4%. El contenido de oxígeno disponible se mide mediante valoración con permanganato potásico después de disolver en ácido sulfúrico (véase el patrón ISO 1917-1982).

Las partículas de percarbonato de sodio revestidas de la presente invención tienen habitualmente un tiempo de disolución del 90% de al menos 0,1 minutos, en particular al menos 0,5 minutos.

Generalmente, el tiempo de disolución de 90% es como máximo 3 minutos, especialmente como máximo 2,5 minutos. El tiempo de disolución de 90% es el tiempo requerido para que la conductividad logre el 90% de su valor final tras añadir las partículas de percarbonato de sodio revestidas a agua a 15°C y concentración de 2 g/l. El método usado se adapta de ISO 3123-1976 para perboratos industriales, siendo las únicas diferencias la altura del agitador, que es 10 mm desde el fondo del vaso de precipitados, y un vaso de precipitados de 2 litros (diámetro interno 120 mm).

Las partículas de percarbonato de sodio revestidas de la presente invención tienen una densidad aparente de al menos 0,8 g/cm³, en particular al menos 0,9 g/cm³. Generalmente es como máximo 1,2 g/cm³, especialmente como máximo 1,1 g/cm³. La densidad aparente se mide registrando la masa de una muestra en un cilindro de acero inoxidable de altura y diámetro internos de 86,1 mm, después de hacer salir la muestra de un embudo (diámetro interno superior 108 mm, diámetro interno inferior 40 mm, altura 130 mm) colocado 50 mm directamente encima del cilindro.

Las partículas de percarbonato de sodio revestidas de la invención tienen habitualmente una atrición, medida según el método estándar ISO 5937-1980, de como máximo 10%, en particular como máximo 8%, especialmente como máximo 4%. La atrición es en la mayoría de los casos al menos 0,05%.

Las partículas de percarbonato de sodio revestidas de la invención tienen generalmente una estabilidad en detergentes de al menos 60% de recuperación del Avox, en particular al menos 65%. La estabilidad en detergentes es a menudo como máximo 95% de la recuperación del Avox, especialmente como máximo 85%. La estabilidad en detergentes se mide según lo siguiente: se prepara una composición detergente mezclando en seco 15% en peso de partículas de percarbonato de sodio revestidas con 90% en peso de una composición detergente base, que contiene zeolita A (Na) denominada base IECA* en una cantidad de alrededor de 35% en peso. Las muestras (50 g) de la composición mezclada se transfieren a envases de cartón revestidos con polietileno, los cuales se cierran herméticamente, y los envases de cartón se almacenan en una cabina de temperatura y humedad controladas a 32°C, 80% de humedad relativa, durante 6 semanas. El contenido de oxígeno disponible (Avox) de la composición se midió al comienzo y al final del período de almacenamiento, usando un método de valoración con permanganato potásico estándar, y se calcula el Avox que queda al final, expresado como un porcentaje de su valor de partida.

Las partículas de percarbonato de sodio revestidas de la invención presentan en general una captación de humedad, cuando se mide en un ensayo realizado en una cámara de humedad a 80% de humedad relativa y 32°C después de 24 horas, que varía de 0,1 a 25% del peso de la muestra. Varía en particular de 0,5 a 3% del peso de la muestra, y es preferiblemente de 1 a 1,5% del peso de la muestra. La captación de humedad es el grado/tasa a la que el producto capta humedad en una atmósfera húmeda. Esta capacidad para captar humedad se mide mediante el siguiente ensayo: se pesa con exactitud en una balanza de 4 cifras decimales una cápsula de Petri de 9 cm de

diámetro con un borde de 1 cm de profundidad (W1). Se coloca una muestra de percarbonato de sodio seco (alrededor de 5 g) en la cápsula de Petri, la cual es agitada suavemente para generar una capa de partículas uniforme a lo largo de la base de la cápsula, y se vuelve a pesar en la misma balanza (W2). La muestra en la cápsula de Petri se almacena en una habitación, alrededor de 2,5 m de altura, anchura y longitud, en una atmósfera mantenida durante un período de 24 horas a 32°C por un calentador controlado por termostato y a una humedad relativa (RH) de 80% mediante introducción de una pulverización de agua de gotitas finas bajo el control de un detector de humedad, y se pesó en la misma balanza (W3). Las muestras se protegieron de la pulverización mediante una pantalla. La captación de humedad se calcula según lo siguiente:

captación de humedad (g/kg) = $1000 \times (W3 - W2) / (W2 - W1)$. "Percarbonato de sodio seco" pretende representar percarbonato de sodio que se ha secado hasta que su contenido de humedad está por debajo de 0,3% en peso (usando un equipo METTLER HR73 secador de halógeno, en el que se coloca sobre una cápsula de aluminio una muestra enfriada de alrededor de 7,5 g, la muestra se pesa continuamente y se seca a 60°C hasta que el peso es constante (pérdida máxima de peso de 1 mg en 90 s). El secado se puede realizar, por ejemplo, en un secador de lecho fluidizado que tiene un diámetro de 15 cm, durante 15 a 30 minutos, para 2 kg de producto, a una temperatura de 50 a 90°C (por ejemplo 70°C) y un caudal de aire de 100 a 150 m³/h. Después del almacenamiento durante 24 horas, la muestra se ha de pesar en 5 minutos y en condiciones ambientales (temperatura de 22°C y humedad relativa de 34%).

Las partículas de percarbonato de sodio revestidas de la presente invención se pueden preparar mediante cualquier método adecuado que permita el revestimiento de las partículas del núcleo con un agente de revestimiento combinado con partículas pequeñas de percarbonato de sodio de un tamaño medio de partículas menor que 100 μm.

Por lo tanto, la presente invención también se refiere a un procedimiento para producir las partículas de percarbonato de sodio revestidas descritas anteriormente. El procedimiento según la presente invención comprende una etapa de fabricación de partículas del núcleo de percarbonato de sodio, seguida de una etapa de revestimiento de las partículas del núcleo de percarbonato de sodio con al menos una disolución o suspensión de al menos un agente de revestimiento y con partículas pequeñas de percarbonato de sodio de un tamaño medio de partículas menor que 100 μm, a fin de obtener las partículas de percarbonato de sodio revestidas. En particular, los dos procedimientos definidos en lo sucesivo dan buenos resultados.

Primer procedimiento de la invención

Según un primer procedimiento particular de la invención, el procedimiento comprende las siguientes etapas:

- (a) una etapa de fabricación de partículas del núcleo de percarbonato de sodio,
- (b) una etapa de secado de las partículas del núcleo de percarbonato de sodio así obtenidas,
- (c) una etapa de revestimiento de las partículas del núcleo de percarbonato de sodio secas así obtenidas con al menos una disolución o suspensión de al menos un agente de revestimiento, y con partículas pequeñas de percarbonato de sodio de un tamaño medio de partículas menor que 100 μm, a fin de obtener partículas de percarbonato de sodio revestidas,
- (d) una etapa de secado de las partículas de percarbonato de sodio revestidas así obtenidas.

La primera etapa (a) para la fabricación de partículas del núcleo de percarbonato de sodio se puede llevar a cabo mediante cualquier procedimiento conocido para la preparación de partículas del núcleo de percarbonato de sodio. Según una primera opción, la etapa (a) puede ser un procedimiento de cristalización en líquido, en el que se mezcla una disolución de carbonato de sodio con una disolución de peróxido de hidrógeno, y el percarbonato de sodio formado se precipita en partículas del núcleo de percarbonato de sodio, por ejemplo reduciendo la temperatura y/o añadiendo agentes precipitantes por adición de sal. Las partículas del núcleo de percarbonato de sodio se separan del líquido, por ejemplo, mediante centrifugación o filtración. En la solicitud internacional WO 97/35806, de SOLVAY INTEROX, se describe un ejemplo de tal procedimiento de cristalización en líquido.

Según una segunda opción, la etapa (a) usa un procedimiento de granulación en lecho fluidizado, en el que se pulveriza una disolución de carbonato de sodio y una disolución de peróxido de hidrógeno sobre un lecho de cristales de siembra de percarbonato de sodio, que se fluidiza con la ayuda de un gas fluidizante, el carbonato y el peróxido de hidrógeno reaccionan sobre la superficie de las partículas de siembra, las partículas de siembra crecen de ese modo en partículas del núcleo de percarbonato de sodio. En el documento GB 1300855, de SOLVAY, se describe un ejemplo de tal procedimiento de granulación en lecho fluidizado.

Según una tercera opción, la etapa (a) puede ser un procedimiento directo mediante reacción de una disolución de peróxido de hidrógeno con carbonato y/o bicarbonato de sodio sólido. Un ejemplo de tal procedimiento directo se

describe en la patente de los Estados Unidos US 6054066, de SOLVAY INTEROX GmbH.

5 Las partículas del núcleo de percarbonato de sodio obtenidas según la primera opción de etapa (a) (procedimiento de cristalización en líquido) contienen habitualmente más de 1% en peso de agua, siendo el contenido de agua de generalmente hasta 15% en peso. Las partículas del núcleo obtenidas según la segunda opción (procedimiento de granulación en lecho fluidizado) contienen en general menos de 1,5% en peso de agua, en particular menos de 1% en peso de agua, siendo muy preferido un contenido de agua de como máximo 0,8% en peso. Las partículas del núcleo obtenidas según la tercera opción (procedimiento directo) contienen típicamente entre 0,1 y 25% en peso de agua.

10 El contenido de agua de las partículas de percarbonato de sodio se mide, en el marco de la presente invención, según el siguiente método: se calienta una muestra, y se mide mediante el método de METTLER descrito anteriormente la cantidad de agua liberada.

15 La etapa de secado (b) del procedimiento de la presente invención puede ser una etapa distinta de la etapa (a), o se puede llevar a cabo simultáneamente con la etapa (a) en el mismo equipo. Cuando la etapa (a) se lleva a cabo según la primera opción (procedimiento de cristalización en líquido), entonces la etapa de secado (b) se puede realizar en cualquier reactor, tal como en un secador de lecho fluidizado, en un secador de tambor giratorio, en un horno, o en un horno de aire circulante. Se prefiere un secador de lecho fluidizado, en el que las partículas del núcleo de percarbonato de sodio se fluidizan mediante un flujo ascendente de gas fluidizante (tal como aire, preferiblemente aire caliente). Las temperaturas típicas del aire caliente son de 50 a 210°C, especialmente de 100 a 160°C.

20 Si la etapa (a) se lleva a cabo según la segunda opción (procedimiento de granulación en lecho fluidizado), el secado se realiza habitualmente en el mismo reactor de lecho fluidizado que el usado en la etapa (a). El secado se lleva a cabo entonces simultáneamente con la etapa (a). Las temperaturas típicas del gas fluidizante son de 50 a 210°C, especialmente de 100 a 160°C.

25 Cuando la etapa (a) se lleva a cabo según la tercera opción (procedimiento directo), el secado se puede realizar en cualquier reactor, tal como un secador de tambor giratorio, un horno, un horno de aire circulante o un reactor de lecho fluidizado, que puede ser el mismo que el reactor de lecho fluidizado usado en la etapa (a). Las temperaturas típicas del gas fluidizante son de 50 a 210°C, especialmente de 100 a 160°C.

30 Las partículas del núcleo de percarbonato de sodio secas obtenidas en la etapa (b) contienen en general menos de 1,5% en peso de agua, en particular menos de 1% en peso de agua, siendo muy preferido un contenido de agua de como máximo 0,8% en peso.

35 La etapa de revestimiento (c) del procedimiento de la presente invención se puede llevar a cabo mediante cualquier procedimiento de revestimiento adecuado que permita poner en contacto las partículas del núcleo de percarbonato de sodio secas con el agente de revestimiento y con las partículas pequeñas de percarbonato de sodio de un tamaño medio de partículas menor que 100 μm . Para este fin, como equipo de revestimiento, se puede usar cualquier tipo de mezcladora o reactor de lecho fluidizado. Se prefiere una mezcladora, especialmente aquellas que contienen un tambor de mezclado con herramientas giratorias, tales como aquellas del tipo LOEDIGE.

40 En la etapa (c), el agente de revestimiento se puede usar en forma de una disolución (preferiblemente una disolución acuosa) o en forma de una suspensión, o también en forma de polvo. El uso de un agente de revestimiento en forma de polvo se describe en la solicitud internacional WO 01/62663 de SOLVAY (Société Anonyme). Se prefieren disoluciones del agente de revestimiento, especialmente disoluciones acuosas.

45 En la etapa (c), las partículas pequeñas de percarbonato de sodio se pueden añadir al equipo de revestimiento en forma de polvo o en forma de una suspensión. Se prefiere la forma de polvo. Se pueden añadir al mismo tiempo que el agente de revestimiento, o antes, o después. Se prefiere añadir las partículas pequeñas de percarbonato de sodio al mismo tiempo que el agente de revestimiento. Las partículas pequeñas de percarbonato de sodio se pueden añadir al equipo de revestimiento a través del mismo dispositivo de alimentación que el agente de revestimiento, o a través de un dispositivo de alimentación separado. Se prefiere un dispositivo de alimentación separado.

50 Durante la etapa (c), se recomienda tener una cantidad mínima de humedad presente en el sistema, para permitir la unión de la capa de revestimiento sobre la superficie de las partículas del núcleo, y para pegar las partículas pequeñas sobre la superficie de las partículas del núcleo o en la capa de revestimiento. Esta humedad puede ya estar presente en el interior de las partículas del núcleo de percarbonato de sodio. También se puede añadir como el diluyente de la disolución o suspensión acuosa del agente de revestimiento, o como el diluyente de la suspensión de las partículas pequeñas de percarbonato de sodio, o también se puede añadir como tal. En el caso de revestir en una mezcladora, el contenido de humedad es habitualmente 2% en peso del peso de las partículas del núcleo de percarbonato de sodio secas, en particular al menos 3% en peso, preferiblemente al menos 5% en peso. El contenido de humedad puede llegar hasta 30% en peso del peso de las partículas del núcleo de percarbonato de sodio secas, especialmente hasta 20% en peso, en la mayoría de los casos hasta 15% en peso. En el caso de

revestir en un reactor de lecho fluidizado, el contenido de humedad puede ser menor.

La etapa (c) del procedimiento de la invención se lleva a cabo generalmente a una temperatura de al menos 20°C. La temperatura es en muchos casos como máximo 80°C, y especialmente como máximo 65°C.

5 En una forma particular de realización de la etapa (c), el agente de revestimiento es percarbonato de sodio, y se aplica en un reactor de lecho fluidizado sobre la superficie de las partículas del núcleo pulverizando sobre ellas una disolución de percarbonato de sodio, o simultáneamente una disolución de carbonato de sodio y una disolución de peróxido de hidrógeno. Entonces, las partículas pequeñas de percarbonato de sodio se introducen al mismo tiempo.

10 La etapa de secado (d) del procedimiento de la invención se puede llevar a cabo en condiciones similares a las de la etapa de secado (b). Cuando la etapa de revestimiento (c) se lleva a cabo en un reactor de lecho fluido, entonces la etapa de secado (d) se lleva a cabo preferiblemente de forma simultánea con la etapa de revestimiento (c) en el mismo equipo de lecho fluido.

Las partículas pequeñas de percarbonato de sodio usadas en la etapa de revestimiento (c) se pueden obtener de diferentes maneras.

15 En una primera variante, se obtienen en un procedimiento separado para la producción de partículas de percarbonato de sodio. En este caso, se pueden obtener directamente como producto final de ese procedimiento separado, o se pueden obtener tamizando el producto final a fin de obtener el tamaño medio de partículas requerido menor que 100 μm .

20 En una segunda variante, que es una realización particularmente ventajosa del procedimiento de la presente invención, las partículas pequeñas de percarbonato de sodio se obtienen eliminando algunas de las partículas generadas durante el procedimiento de la presente invención, y reciclándolas a la etapa (c).

25 En un primer caso de la segunda variante, el procedimiento de la presente invención puede contener además, entre las etapas (b) y (c), y/o después de (d), al menos una etapa de tamizado a fin de eliminar partículas de un tamaño menor que 600 μm y/o mayor que 1800 μm , seguido de la molienda de estas partículas eliminadas en partículas pequeñas de un tamaño medio menor que 100 μm , e introduciendo estas partículas pequeñas en la etapa (c). El tamizado se puede realizar mediante cualquier forma conocida, por ejemplo usando tamices que presentan aberturas de un diámetro de 600 ó 1800 μm . Algunas veces, puede ser útil eliminar partículas de un tamaño menor que 500 μm , en casos especiales menor que 300 μm . Puede ser posible la eliminación de partículas de un tamaño mayor que 1500 μm , incluso mayor que 1200 μm . La molienda se puede realizar en cualquier equipo de molienda, tal como un molino de agujas o un molino de chorro, por ejemplo el molino ALPINE 400 CW.

30 En un segundo caso de la segunda variante, las partículas pequeñas de percarbonato de sodio se obtienen recogiendo los finos (con la ayuda de un filtro, un ciclón, o una combinación de los mismos) portados junto con el gas fluidizante usado en el secador de lecho fluido, y reciclando estos finos, opcionalmente tras la molienda, en la etapa de revestimiento (c). Según este segundo caso, la etapa (b) y/o la etapa (d) se lleva a cabo en un secador de lecho fluidizado usando un gas fluidizante, las partículas finas de PCS se transportan junto con el gas fluidizante fuera del secador de lecho fluido, y se reciclan, opcionalmente tras la molienda, a la etapa (c).

35 Por supuesto, los dos casos de la segunda variante se pueden combinar.

En el procedimiento de la presente invención, puede ser ventajoso adicionalmente añadir al menos una etapa de revestimiento adicional entre las etapas (c) y (d). Esto es particularmente útil cuando la etapa o etapas de revestimiento adicionales se llevan a cabo en un reactor de lecho fluido.

40 Una forma de realización particularmente preferida del procedimiento de la invención se representa en la figura 3. Se alimenta un reactor 1 para la fabricación de partículas del núcleo de percarbonato de sodio con una fuente de carbonato a través del conducto 2, y con una fuente de peróxido de hidrógeno (preferiblemente una disolución acuosa de peróxido de hidrógeno) a través del conducto 3. El reactor 1 es preferiblemente un reactor de cristalización en líquido. Las partículas del núcleo de percarbonato de sodio obtenidas se transfieren desde el reactor 1 hasta un secador 5 a través del conducto 4, en el que se secan. Las partículas del núcleo de percarbonato de sodio secas así obtenidas se transfieren vía el conducto 6 a un dispositivo 7 de tamizado, y las partículas tamizadas se transfieren posteriormente vía el conducto 8 al reactor 9 de revestimiento. El agente de revestimiento se introduce en el reactor 9 de revestimiento a través del conducto 10. Las partículas pequeñas de percarbonato de sodio se introducen en el reactor 9 de revestimiento a través de uno o más de los conductos 23, 29, 31 y 39. Esto se explica con detalle más abajo. Las partículas de percarbonato de sodio revestidas abandonan el reactor 9 de revestimiento a través del conducto 11, y se pueden introducir en un secador 12 de lecho fluido, que puede actuar simultáneamente como segundo reactor de revestimiento que se alimenta con un agente de revestimiento (diferente o igual que en el primer reactor de revestimiento) a través del conducto 13. El segundo reactor 12 de revestimiento también se puede alimentar con partículas pequeñas a través de uno o más de los conductos 24, 30, 32 y 40, como se explica con detalle más abajo. Las partículas de percarbonato de sodio revestidas (opcionalmente doble) se

transfieren entonces a través del conducto 14 a un dispositivo 15 de tamizado. Las partículas de percarbonato de sodio revestidas tamizadas finales abandonan el proceso a través del conducto 16 y se recogen como producto final.

5 En una primera realización, las partículas pequeñas de percarbonato de sodio usadas en la etapa de revestimiento se reciclan desde la etapa (b) de secado llevada a cabo en un secador 5 según lo siguiente. El secador 5 es en este caso un secador de lecho fluido que usa un flujo ascendente de gas fluidizante que entra en el lecho fluido vía el conducto 17. El gas fluidizante abandona el secador 5 en la parte superior a través del conducto 18, y lleva partículas finas de percarbonato de sodio. Estas partículas finas son eliminadas de la corriente que abandona el secador 5 a través del conducto 18 con la ayuda del dispositivo 19 separador. El gas fluidizante sale vía el conducto 20. Las partículas así eliminadas se transfieren a través del conducto 21 a un dispositivo 22 de molienda opcional, en el que se obtienen partículas de un tamaño medio menor que 100 μm . Estas partículas molidas se transfieren entonces a través de los conductos 23 y/o 24 y se introducen en los reactores 9 y/o 12 de revestimiento primero y/o segundo.

15 En una segunda realización, las partículas pequeñas de percarbonato de sodio usadas en la etapa de revestimiento se reciclan desde los dispositivos 7 y/o 15 de tamizado. En estos dispositivos de tamizado, las partículas con un tamaño menor que 300 μm y las partículas mayores que 1800 μm se separan unas de las otras. Las otras continúan en el procedimiento como se explica anteriormente. Las partículas separadas (menores que 300 y mayores que 1800 μm) se transfieren, vía los conductos 25 y/o 26, a los dispositivos 27 y/o 28 de molienda, en los cuales se obtienen partículas de un tamaño medio menor que 100 μm . Estas partículas pequeñas se transfieren vía los conductos 29, 30, 31 y/o 32 y se introducen en los reactores 9 y/o 12 de revestimiento primero y/o segundo.

20 En una tercera realización, las partículas pequeñas de percarbonato de sodio usadas en la etapa de revestimiento se reciclan desde la etapa (d) de secado, llevada a cabo en el secador 12 según lo siguiente. El secador 12 es en este caso un secador de lecho fluido que usa un flujo ascendente de gas fluidizante que entra al secador a través del conducto 33. El gas fluidizante abandona el secador 12 en la parte superior a través del conducto 34, y lleva partículas finas de percarbonato de sodio revestidas. Estas partículas finas se eliminan de la corriente que abandona el secador 12 a través del conducto 34 con la ayuda del dispositivo 35 separador. El gas fluidizante sale a través del conducto 36. Las partículas así eliminadas se transfieren a través del conducto 37 a un dispositivo 38 de molienda opcional, en el cual se obtienen partículas de un tamaño medio menor que 100 μm . Estas partículas molidas se transfieren entonces a través de los conductos 39 y/o 40 y se introducen en los reactores 9 y/o 12 de revestimiento primero y/o segundo.

30 Las realizaciones primera, segunda y tercera se pueden combinar.

Segundo procedimiento de la invención

Según un segundo procedimiento de la invención, éste comprende las siguientes etapas:

(a) una etapa de fabricación de partículas del núcleo de percarbonato de sodio

35 (b) una etapa combinada de secado y revestimiento en un reactor de lecho fluido de las partículas del núcleo de percarbonato de sodio así obtenidas con al menos una disolución o suspensión de al menos un agente de revestimiento, y con partículas pequeñas de percarbonato de sodio de un tamaño medio de partículas menor que 100 μm , a fin de obtener partículas de percarbonato de sodio revestidas.

40 Las etapas (a) y (b) se pueden llevar a cabo en las mismas condiciones como se explican anteriormente para el primer procedimiento de la invención. Igualmente, se puede añadir una etapa adicional de revestimiento como se explica anteriormente.

Una forma de realización particularmente preferida del segundo procedimiento de la invención está representada en la figura 4. Se alimenta un reactor 1 para la fabricación de partículas del núcleo de percarbonato de sodio con una fuente de carbonato (preferiblemente una disolución acuosa de carbonato de sodio) a través del conducto 2, y con una fuente de peróxido de hidrógeno (preferiblemente una disolución acuosa de peróxido de hidrógeno) a través del conducto 3. El reactor 1 es preferiblemente un reactor de cristalización en líquido. Las partículas del núcleo de percarbonato de sodio obtenidas se transfieren desde el reactor 1 vía el conducto 4 a un reactor 5 de lecho fluido, el cual actúa simultáneamente como reactor de revestimiento y como secador. El gas fluidizante se introduce en el lecho fluido 5 vía el conducto 6. El agente de revestimiento se introduce en el reactor 5 de lecho fluido vía el conducto 7. Las partículas pequeñas de percarbonato de sodio se introducen en el reactor 5 de lecho fluido a través de uno o ambos conductos 16 y 19 como se explica con detalle más abajo. Las partículas de percarbonato de sodio revestidas y secas abandonan el reactor 5 de lecho fluido vía el conducto 8, y se transfieren a un dispositivo 9 de tamizado, el cual elimina las partículas demasiado pequeñas y demasiado grandes a fin de obtener partículas con un tamaño medio de 300 a 1800 μm , que son recogidas como producto final vía el conducto 10.

55 En una primera realización, las partículas pequeñas de percarbonato de sodio usadas en la etapa de revestimiento se reciclan desde la propia etapa de revestimiento según lo siguiente. El reactor de revestimiento de lecho fluido usa

5 un flujo ascendente de gas fluidizante que entra al reactor a través del conducto 6. El gas fluidizante sale del reactor 5 en la parte superior a través del conducto 11, y lleva partículas finas de percarbonato de sodio revestidas. Estas partículas finas se eliminan de la corriente que abandona el reactor 5 a través del conducto 11 con la ayuda del dispositivo separador 14 El gas fluidizante sale a través del conducto 13. Las partículas así eliminadas se transfieren a través del conducto 12 a un dispositivo 15 de molienda, en el que se obtienen partículas de un tamaño menor que 100 μm . Estas partículas molidas se transfieren entonces a través del conducto 16 y se vuelven a introducir en el reactor 5 de revestimiento.

10 En una segunda realización, las partículas pequeñas de percarbonato de sodio usadas en la etapa de revestimiento se reciclan desde el dispositivo 9 de tamizado. En este dispositivo de tamizado, las partículas con un tamaño menor que 300 μm y las partículas mayores que 1800 μm se separan unas de otras. Las otras continúan en el procedimiento como se explica anteriormente. Las partículas separadas (menores que 300 y mayores que 1800 μm) se transfieren vía el conducto 17 a un dispositivo 18 de molienda, en el que se obtienen partículas de un tamaño medio menor que 100 μm . Estas partículas pequeñas se transfieren vía el conducto 19 y se introducen en el reactor 5 de revestimiento.

15 La realización primera y segunda se pueden usar simultáneamente.

Las partículas de percarbonato de sodio revestidas de la presente invención se pueden usar ventajosamente como agente de blanqueo en composiciones detergentes.

La presente invención se refiere por tanto también al uso de las partículas de percarbonato de sodio revestidas descritas anteriormente como agente de blanqueo en composiciones detergentes.

20 La presente invención también se refiere a composiciones detergentes que contienen las partículas de percarbonato de sodio revestidas descritas anteriormente. También pueden contener un reforzante, ya sea zeolítico o no zeolítico (tal como reforzantes de tipo fosfato). Otros constituyentes posibles de las composiciones detergentes pueden ser tensoactivos, agentes antiirredeposición y de suspensión de la suciedad, activadores del blanqueo, agentes
25 suavizantes de tejidos, perfumes, colores y auxiliares del procesamiento. Las composiciones detergentes pueden tomar la forma de polvos, gránulos, tabletas y líquidos. Los polvos y gránulos tienen preferiblemente una densidad aparente de 0,2 a 1,4 g/cm^3 .

Ejemplo 1

30 Se prepararon partículas del núcleo de percarbonato de sodio en un procedimiento de cristalización continuo usando NaCl como agente de precipitación, en una concentración de alrededor de 200 g/l. El reactor de cristalización se llenó con licor madre a una temperatura entre 15 y 25°C. Se le añadió carbonato de sodio sólido hasta que se obtuvo la saturación, así como un ligero exceso de una disolución acuosa al 60% en peso de peróxido de hidrógeno. El reactor se agitó de forma continua y se enfrió a una temperatura de 15-25°C.

35 Las partículas del núcleo de percarbonato de sodio formadas se retiraron continuamente del reactor y se transfirieron en un tanque de amortiguador, y después en una centrifuga discontinua. Las partículas del núcleo de percarbonato de sodio que abandonan la centrifuga se secan en un secador de lecho fluido a una temperatura de gases de escape entre 50 y 75°C.

40 Se separaron 3 kg de las partículas del núcleo de percarbonato de sodio (PCS) sin revestir así obtenidas con un tamaño medio de partículas de 676 μm y un ancho de distribución de 1,16 tamizando con una máquina cribadora giratoria IFA-T Modelo: MR 24 S600-5-5-5 en dos fracciones, con un corte a 600 μm .

El ancho de la distribución de una distribución de tamaño de partículas se midió usando el conjunto de tamices que contiene 6 tamices, descrito anteriormente, para obtener varias fracciones, y pesando cada fracción. El ancho de la distribución se calculó entonces según la fórmula

$$\text{Ancho de la distribución} = 2,563 \frac{0,1 \sqrt{\sum_{i=0}^n \left[m_i \left(\frac{k_i + k_{i+1}}{2} - MPS \right)^2 \right]}}{MPS}$$

45 en la que n : número de tamices (sin incluir la bandeja de tamices),

m_i : fracción en peso en % en el tamiz i

k_i : abertura del tamiz en μm del tamiz i

el índice i aumenta al aumentar la abertura del tamiz.

La bandeja del tamiz se indica con el índice 0, tiene una abertura de $k_0 = 0 \mu\text{m}$ y m_0 : es el peso retenido en la bandeja del tamiz después del proceso de tamizado.

$k_{n+1} = 1800 \mu\text{m}$, es el tamaño máximo de partículas considerado para el cálculo del ancho de la distribución.

- 5 MPS es el tamaño medio de partículas según se calcula de acuerdo con la descripción anterior.

La fracción por debajo de $600 \mu\text{m}$ se molió con un molino batidor de martillos cruzados, del tipo Retsch SK100. Después de la molienda, el tamaño medio de partículas fue $23 \mu\text{m}$, y el ancho de la distribución 2,9.

Se introdujeron 1750 g de PCS de la fracción por encima de $600 \mu\text{m}$ y 650 g del PCS molido en una mezcladora de paletas de arado del tipo Lödige, con cortadora Typ M5 RMK.

- 10 Se le añadieron 271,4 g de una disolución de revestimiento [que contiene 171,1 g de una disolución de borato-silicato, y 100,3 g de agua].

Toda la mezcla se granuló a 150 rpm usando la cortadora.

La humedad calculada de la mezcla fue 7%.

- 15 El producto granulado se sacó de la mezcladora y se transfirió a un revestidor/secador de lecho fluido de laboratorio del tipo Glatt, y se secó hasta una temperatura de gases de escape de 85°C .

Se pulverizaron 181,9 g adicionales de la misma disolución de revestimiento sobre el PCS en el lecho fluido.

Las condiciones usadas en el revestidor/secador de lecho fluido fueron:

Boquilla:	Pulverización desde la parte superior hacia abajo sobre el PCS
Aire de pulverización:	2,5 bares absolutos
Temperatura del aire:	90-105°C
Caudal:	$120 \pm 10 \text{ m}^3/\text{h}$
Gas de escape:	Durante el revestimiento: 70-80°C
	Secado final: hasta 85°C

Al alcanzar una temperatura de gases de escape de 85°C , el producto final se sacó de la secadora y se enfrió.

- 20 El nivel de revestimiento total fue 6% en peso del peso de las partículas de percarbonato de sodio revestidas. La capa de revestimiento contenía 20% en peso de finos de PCS. El PCS revestido obtenido presentó una estabilidad a largo plazo, expresada como producción de calor a 40°C medida después del almacenamiento durante 12 semanas a 40°C , de menos de $2 \mu\text{W/g}$, y expresado como recuperación del Avox después del almacenamiento durante 8 semanas a 55°C de 88%.

25 Ejemplo 2

Se han repetido las mismas operaciones que antes, excepto que el revestimiento se realizó según lo siguiente: se mezclaron 2000 g de la fracción de PCS por encima de $600 \mu\text{m}$ con 500 g del material molido en la mezcladora LOEDIGE (cortadora en uso), y 320 g de una disolución de sulfato de sodio y silicato (200 g de $\text{Na}_2\text{SO}_4/50$ g de $\text{SiO}_2/25$ g de $\text{Na}_2\text{O/kg}$). El producto resultante se sacó de la mezcladora y se transfirió a un revestidor/secador de lecho fluido de laboratorio del tipo Glatt, y se secó. Se pulverizaron 272,5 g adicionales de la misma disolución de revestimiento sobre 1500 g del PCS seco en el lecho fluido. Las condiciones usadas en el secador de lecho fluido fueron:

ES 2 371 260 T3

Boquilla:	Pulverización desde la parte superior hacia abajo sobre el PCS
Aire de pulverización:	2,5 bares absolutos
Temperatura del aire:	90-105°C
Caudal:	120 m ³ /h
Gas de escape:	Durante el revestimiento: 70-80°C Secado final: hasta 85°C

El producto final contenía una capa de revestimiento con 25% en peso (del peso de la capa de revestimiento) de partículas pequeñas de percarbonato de sodio. La capa de revestimiento representó 5,7% en peso del producto final. El producto final mostró un tamaño medio de partículas de 1036 μm , con un ancho de distribución de 0,79. Las Figuras 1 y 2 muestran fotos de SEM-EDX del producto final. Estas figuras se comentaron anteriormente.

5

REIVINDICACIONES

- 5 1. Partículas de percarbonato de sodio revestidas que tienen un tamaño medio de partículas de 300 a 1600 μm que contienen un núcleo de percarbonato de sodio rodeado por al menos una capa de revestimiento, comprendiendo la capa de revestimiento al menos un agente de revestimiento y partículas pequeñas de percarbonato de sodio de un tamaño medio de partículas menor que 100 μm .
2. Las partículas según la reivindicación 1, en las que la capa de revestimiento representa de 0,1 a 50% en peso de las partículas de percarbonato de sodio revestidas.
3. Las partículas según la reivindicación 1 ó 2, en las que el agente de revestimiento se elige de silicato de sodio, carbonato de sodio, sulfato de sodio, sulfato de magnesio, borato de sodio, ácido bórico, y una de sus mezclas.
- 10 4. Las partículas según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, que presentan una estabilidad a largo plazo expresada como producción de calor a 40°C medido después del almacenamiento durante 12 semanas a 40°C de menos de 5 $\mu\text{W/g}$.
- 15 5. Las partículas según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, que presenta una estabilidad a largo plazo expresada como una recuperación del Avox de al menos 70% después del almacenamiento durante 8 semanas a 55°C.
- 20 6. Un procedimiento para producir las partículas de percarbonato de sodio revestidas según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, que tienen un tamaño medio de partículas de 300 a 1600 μm , que comprende una etapa de fabricación de partículas del núcleo de percarbonato de sodio, seguida de una etapa de revestimiento de las partículas del núcleo de percarbonato de sodio con al menos una disolución o suspensión de al menos un agente de revestimiento y con partículas pequeñas de percarbonato de sodio de un tamaño medio de partículas menor que 100 μm , a fin de obtener las partículas de percarbonato de sodio revestidas.
7. El procedimiento según la reivindicación 6, que comprende:
- (a) una etapa de fabricación de partículas del núcleo de percarbonato de sodio,
- (b) una etapa de secado de las partículas del núcleo de percarbonato de sodio así obtenidas,
- 25 (c) una etapa de revestimiento de las partículas del núcleo de percarbonato de sodio secas así obtenidas con al menos una disolución o suspensión de al menos un agente de revestimiento y con partículas pequeñas de percarbonato de sodio de un tamaño menor que 100 μm , a fin de obtener partículas de percarbonato de sodio revestidas,
- (d) una etapa de secado de las partículas de percarbonato de sodio revestidas así obtenidas.
- 30 8. El procedimiento según la reivindicación 7, que comprende además, entre las etapas (b) y (c) y/o después de (d), al menos una etapa de tamizado a fin de eliminar partículas de un tamaño menor que 300 μm y/o mayor que 1800 μm , seguido de la molienda de estas partículas eliminadas en pequeñas partículas de un tamaño medio menor que 100 μm , e introducir estas partículas pequeñas en la etapa (c).
- 35 9. El procedimiento según la reivindicación 7 u 8, en el que se lleva a cabo entre las etapas (c) y (d) al menos una etapa de revestimiento adicional en un lecho fluido.
10. El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 7 a 9, en el que la etapa (b) y/o la etapa (d) se lleva a cabo en un secador de lecho fluido usando un gas fluidizante, las partículas de PCS finas se transportan con el gas fluidizante fuera del secador de lecho fluido y se reciclan, opcionalmente después de la molienda, a la etapa (c).
- 40 11. El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 7 a 10, en el que la etapa (a) se lleva a cabo mezclando una fuente de carbonato de sodio con una disolución de peróxido de hidrógeno y precipitando el percarbonato de sodio formado en partículas del núcleo de percarbonato de sodio.
12. El procedimiento según la reivindicación 6, que comprende:
- (a) una etapa de fabricación de partículas del núcleo de percarbonato de sodio, y
- 45 (b) una etapa combinada de secado y de revestimiento en un reactor de lecho fluido de las partículas del núcleo de percarbonato de sodio así obtenidas con al menos una disolución o suspensión de al menos un agente de revestimiento y con partículas pequeñas de percarbonato de sodio de un tamaño medio de partículas menor que 100 μm , a fin de obtener partículas de percarbonato de sodio revestidas.

13. Uso de las partículas de percarbonato de sodio revestidas de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5 como agente de blanqueo en composiciones detergentes.

14. Composiciones detergentes que contienen las partículas de percarbonato de sodio revestidas de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5.

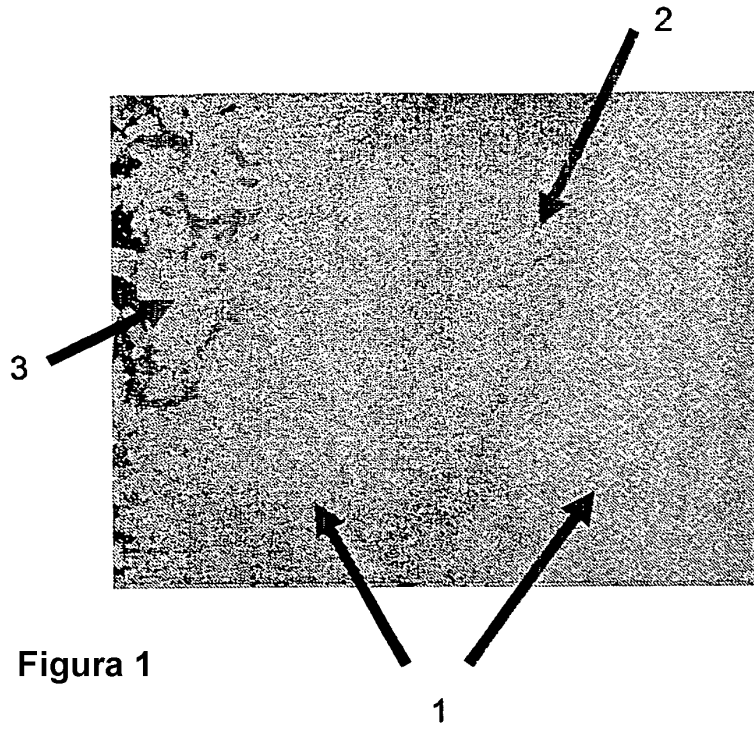


Figura 1

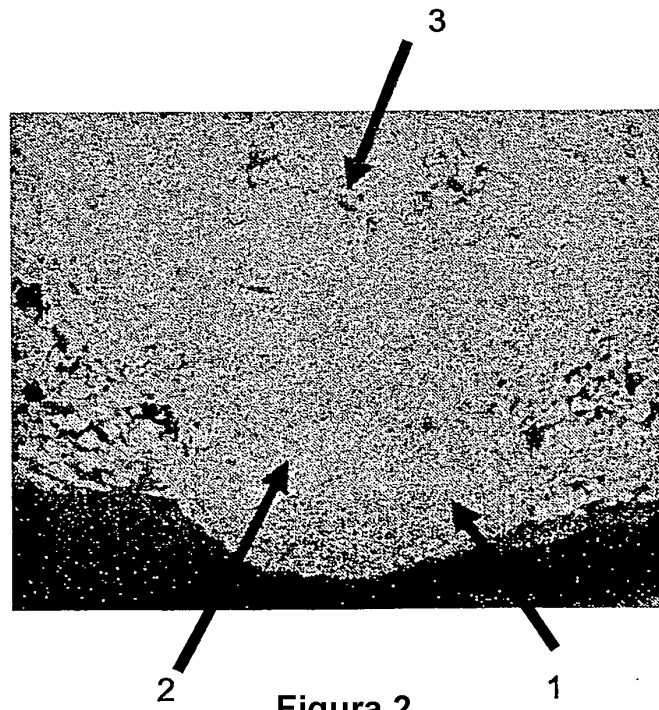


Figura 2

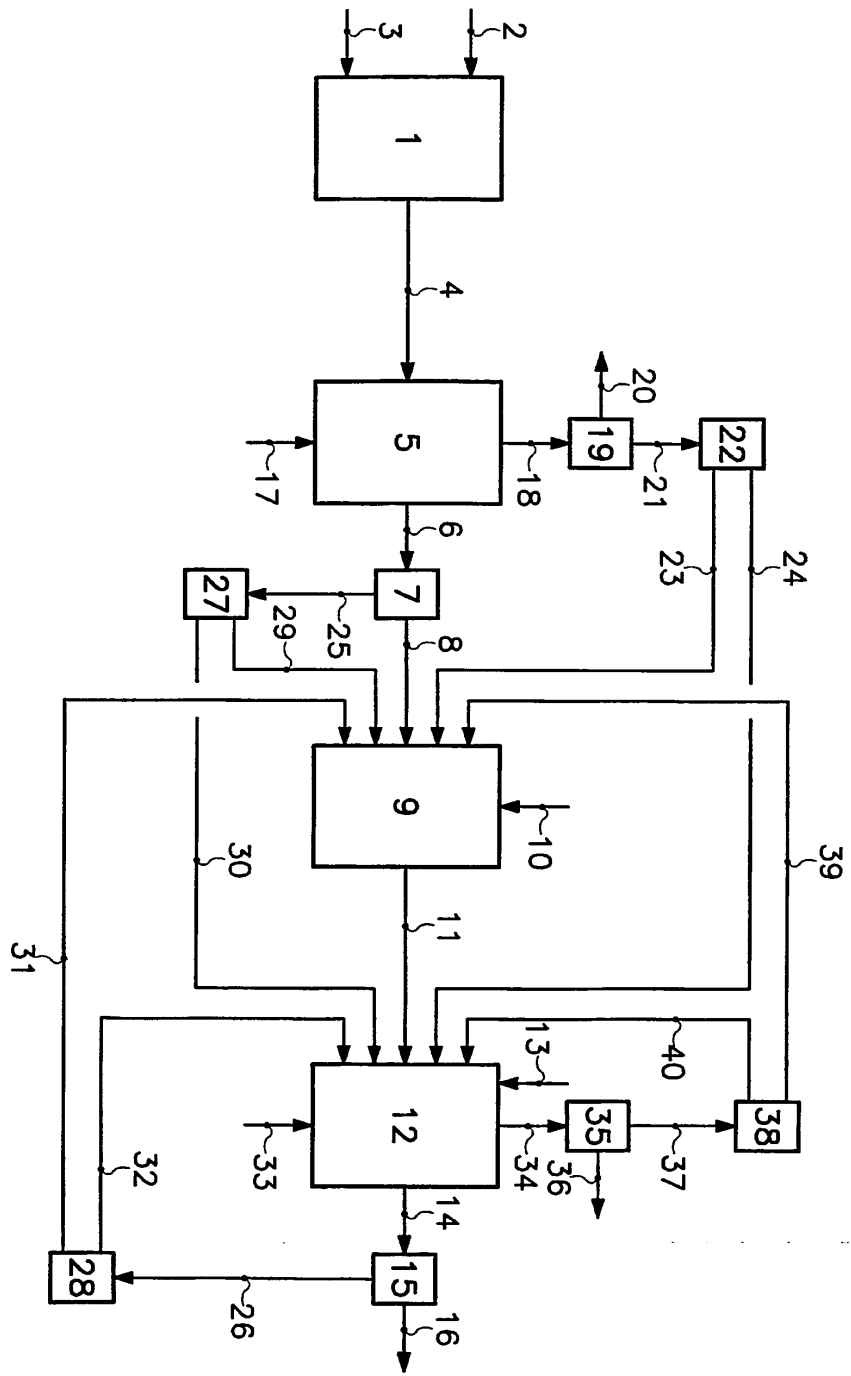


Fig. 3

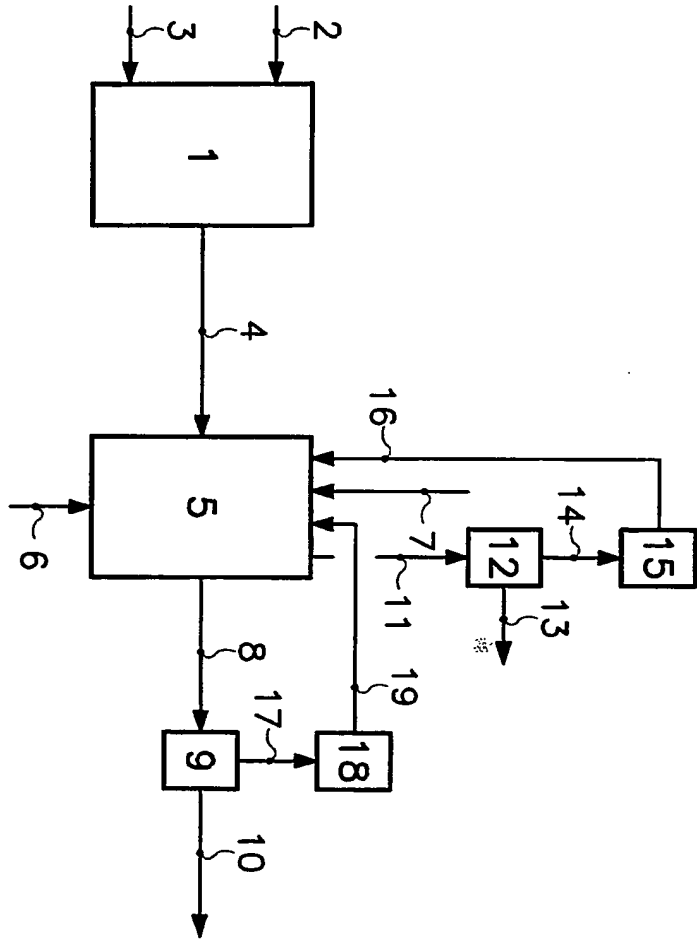


Fig. 4