

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 420 761**

51 Int. Cl.:

C11D 11/00 (2006.01)

C11D 1/29 (2006.01)

C11D 3/04 (2006.01)

C11D 11/02 (2006.01)

C11D 17/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **05.08.2005 E 05768548 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **12.06.2013 EP 1788071**

54 Título: **Procedimiento de producción de partículas de detergente de núcleo único**

30 Prioridad:

06.08.2004 JP 2004231510

14.10.2004 JP 2004300669

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

26.08.2013

73 Titular/es:

**KAO CORPORATION (100.0%)
14-10, NIHONBASHI-KAYABACHO
1-CHOME CHUO-KU, TOKYO 103-8210, JP**

72 Inventor/es:

**NAKAYAMA, TAKASHI;
IMAIZUMI, YOSHINOBU;
KUBOTA, TERUO y
NITTA, HIDEICHI**

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 420 761 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

Procedimiento de producción de partículas de detergente de núcleo único

Campo técnico

5 La presente invención se refiere a un procedimiento de producción de partículas de detergente de núcleo único que contienen, como tensioactivo aniónico, un compuesto representado por cualquiera de las fórmulas (1) a (3):



en la que R es un grupo alquilo o un grupo alquenilo que tiene de 10 a 18 átomos de carbono; y M es un átomo de metal alcalino o una amina,



10 en la que R es un grupo alquilo o un grupo alquenilo que tiene de 10 a 18 átomos de carbono; n es un número medio de moles añadidos de 0,1 a 3,0; y M es un átomo de metal alcalino, o un amonio o una amina orgánica, y



15 en la que R es un grupo alquilo o un grupo alquenilo que tiene de 4 a 22 átomos de carbono; M es un átomo de metal alcalino, un átomo de metal alcalinotérreo, una alcanolamina o un amonio; y A es un grupo alquilo que tiene de 1 a 4 átomos de carbono, H, o M.

Técnica anterior

20 Uno de los procedimientos de producción de partículas de detergente incluye un procedimiento de producción que incluye la etapa de mezclar una sustancia en polvo y una composición tensioactiva líquida. Entre ellos, existen hasta la fecha diversas divulgaciones de detergentes en polvo en los que un tensioactivo aniónico representado por la fórmula (1) mencionada anteriormente se formula como un tensioactivo detergente con el fin de mejorar la alta capacidad de activación detergente, la capacidad de evitar la redeposición, la compatibilidad con el medio ambiente, y la solvencia mediante una combinación de tensioactivos, y similares.

25 Por ejemplo, se desvela un procedimiento de producción de una composición de detergente granular usando una composición tensioactiva líquida compuesta de un tensioactivo aniónico representado por la fórmula (1) mencionada anteriormente, un tensioactivo no iónico, y agua (Publicación de Patente 1); y un procedimiento de producción que incluye la etapa de formular un tensioactivo aniónico representado por la fórmula (1) mencionada anteriormente en una suspensión detergente (Publicación de Patente 2), o la etapa de añadir un tensioactivo aniónico representado por la fórmula (1) mencionada anteriormente a un producto intermedio de moldeado por extrusión (Publicación de Patente 3).

30 Sin embargo, cuando las partículas de detergente se producen mediante el procedimiento de la Publicación de Patente 1, es necesario neutralizar previamente el sulfato de alquilo que tiene una mala estabilidad en comparación con LAS o similares en un tensioactivo no iónico, de modo que aún existe la preocupación del aspecto de la estabilidad del tensioactivo aniónico representado por la fórmula (1) mencionada anteriormente.

35 Además, mientras que los procedimientos de producción de las Publicaciones de Patente 2 y 3 no presentan ningún problema en el aspecto de la estabilidad del tensioactivo aniónico representado por la fórmula (1) mencionada anteriormente, la solubilidad aún permanece insatisfecha debido a que en ambas las partículas de detergentes resultantes pasan por un tratamiento de aumento de compacidad.

40 Además, la Publicación de Patente 4 desvela un procedimiento de producción de una composición de detergente granular que incluye las etapas de absorber en aceite una pasta del tensioactivo aniónico representado por la fórmula (2) mencionada anteriormente en sílice o silicato, granular la mezcla, y secar los gránulos. El procedimiento de producción que se ha descrito anteriormente tiene la ventaja de que el tensioactivo aniónico se puede formular en un alto contenido. Por otra parte, para facilitar la producción de la composición de detergente granular que se ha descrito anteriormente, es necesario un vehículo de absorción en aceite tal como sílice o silicato, y además se necesita una etapa de secado después de la etapa de granulación para retirar el agua contenida en la pasta mencionada anteriormente.

45 Además, la Publicación de Patente 5 desvela un procedimiento de producción de una composición de detergente que incluye la etapa de mezclar una composición tensioactiva que contiene un tensioactivo aniónico representado por la fórmula (2) mencionada anteriormente, un tensioactivo no iónico, y agua, con un polvo adsorbente. Sin embargo, en este procedimiento de producción, es imposible preparar un detergente en polvo de flujo libre con un alto rendimiento mediante el procedimiento que incluye la etapa de mezclar la composición tensioactiva en una

forma similar a una pasta con partículas de detergente en polvo solubles en agua.

Además, se desvela un procedimiento de producción de una composición de detergente de alta densidad aparente que incluye las etapas de fabricar un tensioactivo aniónico representado por la fórmula (3) mencionada anteriormente en forma de un polvo, mezclar en polvo el tensioactivo aniónico con un constituyente alcalino, añadir a esto simultáneamente un aglutinante que contiene agua, y granular la mezcla (Publicación de Patente 6); y un procedimiento de producción de un detergente de alta densidad aparente que incluye las etapas de concentrar un tensioactivo aniónico representado por la fórmula (3) mencionada anteriormente, y formular directamente el concentrado en una etapa de amasado (Publicación de Patente 7).

Sin embargo, cuando las partículas de detergentes se producen de acuerdo con el procedimiento de producción de las Publicaciones de Patente 6 o 7, la solubilidad aún permanece insatisfecha debido a que en ambas las partículas de detergente resultantes pasan por un tratamiento de aumento de compacidad

Publicación de Patente 1: documento JP-A-Hei-6-17098
 Publicación de Patente 2: documento JP-A-Hei-6-220499
 Publicación de Patente 3: documento JP-A-Hei-8-504458
 Publicación de Patente 4: documento WO 0031223
 Publicación de Patente 5: documento JP-A-Hei-03-62899
 Publicación de Patente 6: documento JP-A-Hei-4-359098
 Publicación de Patente 7: documento JP-A-Hei-9-143500

El documento EP 0 969 082 A1 describe un procedimiento de preparación de partículas de detergente que comprende una etapa de preparar una suspensión que contiene un compuesto inorgánico insoluble en agua, un polímero soluble en agua y una sal soluble en agua; una etapa de secar por pulverización la suspensión para preparar partículas base y una etapa de añadir un tensioactivo a las partículas base.

Divulgación de la invención

Problemas a resolver por la invención

Por lo tanto, un objetivo de la presente intención es proporcionar un procedimiento de producción de partículas de detergente de núcleo único que incluye la etapa de formular el tensioactivo aniónico representado por cualquiera de las fórmulas (1) a (3) mencionadas anteriormente, en el que el procedimiento de producción de las partículas de detergente asegura la estabilidad del tensioactivo aniónico representado por las fórmulas (1) a (3) mencionadas anteriormente, y proporciona una excelente solubilidad.

Medios para solucionar los problemas

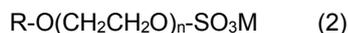
Específicamente, lo esencial de la presente invención se refiere a un procedimiento de producción de partículas de detergente de núcleo único que tienen un tamaño medio de partícula de 150 μm o superior y un grado de crecimiento de partícula de 1,5 o inferior, incluyendo las etapas de:

etapa A): preparar una composición tensioactiva que contiene:

a) un tensioactivo aniónico representado por cualquiera de las siguientes fórmulas (1) a (3):



en la que R es un grupo alquilo o un grupo alquenoilo que tiene de 10 a 18 átomos de carbono; y M es un átomo de metal alcalino o una amina,



en la que R es un grupo alquilo o un grupo alquenoilo que tiene de 10 a 18 átomos de carbono; n es un número medio de moles añadidos de 0,1 a 3,0; y M es un átomo de metal alcalino, o un amonio o una amina orgánica, y



en la que R es un grupo alquilo o un grupo alquenoilo que tiene de 4 a 22 átomos de carbono; M es un átomo de metal alcalino, un átomo de metal alcalinotérreo, una alcanolamina o un amonio; y A es un grupo alquilo que tiene de 1 a 4 átomos de carbono, H, o M, y

b) agua en una cantidad de 25 a 65 partes en peso en base a 100 partes en peso del componente a) mencionado anteriormente;

etapa B): mezclar la composición tensioactiva obtenida en la etapa A) y partículas base que tienen una

capacidad de soporte de 20 ml/100 g o superior y que contienen una sal inorgánica soluble en agua producida mediante secado por pulverización, mientras que se mantiene básicamente la forma de las partículas base; y etapa C): modificar la superficie de la mezcla obtenida en la etapa B) con un polvo fino,

5 en el que las partículas de detergente comprenden adicionalmente c) un tensioactivo no iónico que tiene un punto de fusión de 30 °C o inferior en un intervalo de un 1 a un 20% en peso de las partículas de detergente, mezclándose el componente c) con las partículas base antes que con la composición tensioactiva preparada en la etapa A).

Efectos de la invención

10 Mediante el uso del procedimiento de producción de partículas de detergente de núcleo único de la presente invención, se exhibe como efecto de las partículas de detergente de núcleo único que contienen un tensioactivo aniónico representado por las fórmulas (1) a (3) mencionadas anteriormente, que es generalmente muy bajo en irritabilidad de la piel y favorable en biodegradabilidad, y se pueden producir partículas de detergente de núcleo único que tienen un crecimiento de partícula inhibitorio, y una distribución de tamaño de partícula definida con un alto rendimiento, sin la necesidad de una etapa de secado para retirar el agua después de la etapa de granulación. Al
15 proporcionar una distribución de tamaño de partícula definida, se puede obtener un detergente que mejora no solamente su apariencia externa, sino que también es favorable en fluidez libre, y excelente en solubilidad.

Mejor modo de realizar la invención

20 Una de las grandes características del procedimiento de producción de partículas de detergente de núcleo único de la presente invención (en lo sucesivo en el presente documento denominado como procedimiento de producción de la presente invención) reside en que el procedimiento, como se ha descrito anteriormente, incluye las etapas de:

etapa A): preparar una composición tensioactiva que contiene a) el tensioactivo aniónico representado por las fórmulas (1) a (3) mencionadas anteriormente, y b) agua en una cantidad de 25 a 65 partes en peso en base a 100 partes en peso del componente a) mencionado anteriormente;

25 etapa B): mezclar la composición tensioactiva obtenida en etapa A) y partículas base que tienen una capacidad de soporte de 20 ml/100 g o superior y que contienen una sal inorgánica soluble en agua producida mediante desecado por pulverización, mientras que se mantiene básicamente la forma de las partículas base; y
etapa C): modificar la superficie de la mezcla obtenida en etapa B) con un polvo fino.

30 Mediante el uso del procedimiento de producción de la presente invención que tiene la característica mencionada anteriormente, se exhibe como efecto de las partículas de detergente que contienen el tensioactivo aniónico representado por las fórmulas (1) a (3) mencionadas anteriormente, que es generalmente muy bajo en irritabilidad de la piel y favorable en biodegradabilidad, y se pueden producir partículas de detergente de núcleo único que tienen un crecimiento de partícula inhibitorio, y una distribución de tamaño de partícula definida, sin la necesidad de una etapa de secado para retirar el agua después de la etapa de granulación.

35 En el procedimiento de producción de la presente invención, se considera un mecanismo para exhibir el efecto de no necesitar una etapa de secado para la retirada de agua después de la etapa de granulación debido a que en la etapa B), cuando la composición tensioactiva que contiene un tensioactivo aniónico representado por las fórmulas (1) a (3) y el agua contactan con las partículas base que contienen una sal inorgánica soluble en agua, la sal inorgánica soluble en agua retira el agua de la composición tensioactiva, y la composición del tensioactivo aniónico representado por las fórmulas (1) a (3) pierde fluidez libre, con lo que se puede realizar la pulverización sin añadir la
40 etapa de secado.

El procedimiento de producción de la presente invención se describirá más específicamente a continuación en el presente documento.

[Etapa A)]

45 En el procedimiento de producción de la presente invención, la etapa A) es una etapa de preparación de una composición tensioactiva que contiene a) un tensioactivo aniónico representado por las fórmulas (1) a (3) mencionadas anteriormente, y b) agua en una cantidad de 25 a 65 partes en peso en base a 100 partes en peso del componente a) mencionado anteriormente.

[Componentes de la composición tensioactiva]

50 En cuanto al componente a), en la fórmula (1), R es un grupo alquilo o un grupo alquénilo que tiene de 10 a 18 átomos de carbono, y preferentemente de 12 a 16 átomos de carbono. M es preferentemente un átomo de metal alcalino tal como Na o K, o una amina tal como monoetanolamina o dietanolamina, y de forma especialmente preferente Na o K desde el punto de vista de una mejora en la detergencia de la composición de detergente.

Además, en la fórmula (2), R es un grupo alquilo o un grupo alquénilo que tiene de 10 a 18 átomos de carbono, y preferentemente de 12 a 16 átomos de carbono. El número medio de moles añadidos n es de 0,1 a 3,0, y

preferentemente de 0,1 a 2,0. M es preferentemente un átomo de metal alcalino tal como Na o K, un amonio o una amina orgánica tal como monoetanolamina o dietanolamina, y Na o K es especialmente preferente desde el punto de vista de una mejora en la detergencia de la composición de detergente.

5 Además, en la fórmula (3), R es un grupo alquilo o un grupo alqueno que tiene de 4 a 22 átomos de carbono; M es un átomo de metal alcalino, un átomo de metal alcalinotérreo, una alcanolamina o un amonio; y A es un grupo alquilo que tiene de 1 a 4 átomos de carbono, H, o M.

[Propiedades físicas de la composición tensioactiva]

10 Es deseable que la composición tensioactiva tenga un intervalo de temperatura en el que la viscosidad de la composición tensioactiva sea de 10 Pa·s o inferior, y preferentemente 5 Pa·s o inferior en un intervalo de temperatura operable de la composición tensioactiva, desde el punto de vista de la manipulación en la producción. Es preferente que el intervalo de temperatura que se ha mencionado anteriormente exista preferentemente en un intervalo de hasta 70 °C, y más preferentemente en un intervalo de hasta 60 °C, desde el punto de vista de la estabilidad de la composición tensioactiva. Aquí, la viscosidad se determina con un viscosímetro rotatorio cilíndrico doble coaxial (fabricado por HAAKE; sensor: SV-DIN) con una velocidad de cizallamiento de 50 l/s.

15 La viscosidad de la composición tensioactiva preparada en la etapa A) varía enormemente dependiendo de su contenido de agua. Es preferente que se prepare una composición tensioactiva que tiene un contenido de agua deseado, es decir, una viscosidad deseada, mediante ajuste con la cantidad de agua de un compuesto alcalino que se usa en la preparación de la composición tensioactiva por neutralización de un ácido precursor del componente a) con el componente alcalino. Se conoce generalmente que cuando la composición tensioactiva contiene el
20 componente a) y agua en una cantidad de 25 a 65 partes en peso (el contenido de agua de la composición tensioactiva es de un 20 a un 40%) en base a 100 partes en peso del componente a), la viscosidad disminuye, lo que hace que su manipulación sea fácil. Es preferente que el agua de la composición tensioactiva se ajuste dentro de este intervalo en la presente invención.

25 Además, dado que el precursor ácido del componente a) es muy inestable y lo más probable es que se degrade, es preferente que se haga un ajuste de modo que se evite la degradación. El procedimiento de ajuste no se limita de forma particular, y se puede usar un procedimiento conocido. Por ejemplo, el procedimiento se puede realizar mediante la retirada del calor de neutralización con un intercambiador de calor o similar usando un reactor de circulación mientras se controla cuidadosamente la temperatura del precursor ácido del componente a) y de la composición tensioactiva. Un intervalo de temperatura durante la producción incluye una temperatura de 30 °C a 60
30 °C, y un intervalo de temperatura para el almacenamiento después de la producción incluye una temperatura de 60 °C o inferior. Además, se puede usar la composición tensioactiva elevando opcionalmente la temperatura después de su uso.

35 Cuando se usa la composición tensioactiva aniónica representada por la fórmula (1) o (2), es preferente que la composición tensioactiva tenga un exceso de alcalinidad desde el punto de vista de evitar la degradación. Por otra parte, cuando se usa la composición tensioactiva aniónica representada por la fórmula (3), es preferente un pH de 4 a 9, y es más preferente un pH de 5 a 8.

40 Además, la composición tensioactiva ajustada puede contener un alcohol que no ha reaccionado o un polioxietileno alquil éter que no ha reaccionado tras la producción del precursor ácido del compuesto a), sulfato sódico, que es un producto secundario de la reacción de neutralización, o un agente amortiguador de pH, que se puede añadir durante la reacción de neutralización, un agente decolorante, o similares.

45 Además, la composición tensioactiva que se usa para la presente invención puede contener un componente conocido habitualmente usado en detergentes, por ejemplo, un tensioactivo conocido en el campo de los detergentes de lavandería; un agente de prevención de la redeposición tal como polímero de ácido acrílico, copolímero de ácido acrílico-ácido maleico, y carboximetil celulosa; un agente reductor tal como un sulfito; un blanqueante fluorescente, o similares.

Por otra parte, el componente a) está contenido preferentemente en una cantidad dentro del intervalo de un 5 a un 30% en peso, y más preferentemente de un 10 a un 30% en peso de las partículas de detergente de núcleo único que se obtienen en la presente invención, desde el punto de vista de una mejora de la detergencia.

50 El componente b) es agua contenida en una cantidad de 25 a 65 partes en peso, y preferentemente de 30 a 50 partes en peso de la composición tensioactiva, en base a 100 partes en peso del componente a) mencionado anteriormente.

[Etapa B)]

55 En la presente invención, la etapa B) es una etapa de mezcla de la composición tensioactiva obtenida en la etapa A) y partículas base que tienen una capacidad de soporte de 20 ml/100 g o superior y que contienen una sal inorgánica soluble en agua producida mediante secado por pulverización, mientras que se mantiene básicamente la forma de las partículas base.

En la presente invención, una característica reside en que se realiza la etapa B). En la etapa B), mediante la mezcla que pone en contacto entre sí la composición tensioactiva y las partículas base que contienen la sal inorgánica soluble en agua, se puede usar la pérdida de fluidez libre de la composición tensioactiva que exhibe por retirada del agua de la composición tensioactiva mediante la sal inorgánica soluble en agua.

5 [Partículas base que contienen una sal inorgánica soluble en agua]

Las partículas base que se usan en la etapa B) tienen una capacidad de soporte de 20 ml/100 g o superior y contienen una sal inorgánica soluble en agua producida mediante secado por pulverización.

10 Las partículas base mencionadas anteriormente se preparan mediante secado por pulverización de una suspensión que contiene la sal inorgánica soluble en agua. La sal inorgánica soluble en agua no se limita de forma particular. Por ejemplo, entre los constituyentes mencionados anteriormente usados generalmente en detergentes de lavandería, es preferente carbonato sódico, carbonato potásico, sulfato sódico, o similares.

15 En cuanto a las partículas base, es preferente un polvo obtenido mediante secado por pulverización de una suspensión acuosa formulada adecuadamente con, por ejemplo, un constituyente usado generalmente en detergentes de lavandería que incluye, por ejemplo, una o más clases de agentes de captura de iones metálicos tales como zeolita, citratos, y tripolifosfato sódico; un agente alcalinizante tal como carbonato sódico o carbonato potásico; una o más clases de materiales base que exhiben tanto la capacidad de captura de iones metálicos como la capacidad alcalinizante tal como un silicato cristalino; y similares; y/u otros agentes de material base que se usan generalmente en composiciones de detergente que incluyen, por ejemplo, un tensioactivo conocido en el campo de los detergentes de lavandería, un agente de prevención de la redeposición tal como un polímero de ácido acrílico, un copolímero de ácido acrílico-ácido maleico o carboximetil celulosa, un polvo inorgánico tal como sulfato sódico o un sulfito, un blanqueante fluorescente, o similares. Además, el agente alcalinizante se puede retirar de las partículas base cuando las partículas base contienen un agente de material base o similar que se degrada por contacto con un álcali o se añade en la etapa B), desde el punto de vista de evitar la degradación de los agentes de material base.

20 Entre ellos, es preferente que se use zeolita en combinación con la sal inorgánica soluble en agua mencionada anteriormente. Cuando se formula la zeolita, la cantidad de agua que contienen las partículas base después del secado por pulverización es preferentemente de un 5% en peso o inferior, y más preferentemente de un 3% en peso o inferior de las partículas base, desde el punto de vista de un aumento de la acción de la absorción de agua en la zeolita.

25 Las partículas base en las que se formulan la sal inorgánica soluble en agua y la zeolita, que están contenidas preferentemente en las partículas base, en una cantidad de un 60% en peso o superior en total son favorables para retirar el agua de la composición tensioactiva.

30 Las condiciones del secado por pulverización de la suspensión para la preparación de las partículas base mencionadas anteriormente (temperatura, aparato de secado por pulverización, procedimiento de pulverización, procedimiento de secado, o similares) no se limitan de forma particular, y se puede usar un procedimiento conocido. Las propiedades físicas de las partículas base usadas en la presente invención se ofrecen a continuación en el presente documento.

[Propiedades físicas de las partículas base]

35 Las partículas base tienen una capacidad de soporte de 20 ml/100 g o superior, y preferentemente de 30 ml/100 g o superior. Dentro de este intervalo, se evita la agregación de las partículas base consigo mismas, lo que hace favorable mantener el núcleo único que poseen las partículas en las partículas de detergente.

40 El procedimiento de determinación de la capacidad de soporte es el que sigue. Un recipiente de mezcla 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 interior del mismo se carga con 100 g de una muestra. Mientras se agita con los impulsores de agitación a 350 r/min, se suministra en el recipiente de mezcla aceite de linaza a 25 °C a una velocidad de aproximadamente 10 ml/min. La capacidad de soporte se define como la cantidad de aceite de linaza suministrado cuando el par de agitación alcanza el nivel más elevado.

45 Las partículas base tienen preferentemente una densidad aparente de 200 a 1000 g/l, más preferentemente de 300 a 1000 g/l, incluso más preferentemente de 400 a 1000 g/l, y de forma especialmente preferente de 500 a 800 g/l. La densidad aparente se mide mediante un procedimiento de acuerdo con la norma JIS K 3362.

50 Las partículas base tienen preferentemente un tamaño medio de partícula de 150 a 500 μm , y más preferentemente de 180 a 350 μm . El tamaño medio de partícula se calcula mediante la criba vibratoria de la muestra usando tamices estándar de acuerdo con la norma JIS Z 8801 (apertura de tamiz de 2000 a 125 μm) durante 5 minutos, y después de esto determinación del tamaño medio de partícula a partir del porcentaje en peso dependiendo de los tamaños de apertura de los tamices.

55

[Procedimiento de mezcla]

Es preferente que la mezcladora para la mezcla de la composición tensioactiva y las partículas base que se usa en la etapa B) sea, por ejemplo, una mezcladora equipada con una boquilla para la adición de la composición tensioactiva o una camisa para el control de la temperatura dentro de la mezcladora.

5 Como condiciones de mezcla de la etapa B), las condiciones de mezcla se seleccionan de modo que las partículas base mantengan básicamente sus formas, es decir, que las partículas base no experimenten desintegración. Por ejemplo, cuando se usa una mezcladora equipada con impulsores de agitación, en el caso de una mezcladora equipada con impulsores de mezcla que tienen forma de remo para los impulsores de agitación, los impulsores de agitación tienen preferentemente un número de Froude de 0,5 a 8, más preferentemente de 0,5 a 4, e incluso más preferentemente de 0,5 a 2, desde el punto de vista de evitar la desintegración de la sal inorgánica soluble en agua y de la eficacia de mezcla. Además, en el caso en el que los impulsores de mezcla tengan forma de tornillo, los impulsores de agitación tienen preferentemente un número de Froude de 0,1 a 4, y más preferentemente de 0,15 a 2. Además, en el caso en el que los impulsores de mezcla tengan forma de cinta, los impulsores de agitación tienen preferentemente un número de Froude de 0,05 a 4, y más preferentemente de 0,1 a 2.

15 Además, también se puede emplear una mezcladora equipada con impulsores de agitación e impulsores de desintegración. Cuando se mezclan las partículas base y el tensioactivo usando la mezcladora, los impulsores de desintegración se someten convencionalmente a rotación a alta velocidad, desde el punto de vista de la aceleración de la mezcla. Sin embargo, en la presente invención, es preferente no rotar básicamente los impulsores de desintegración, desde el punto de vista de evitar la desintegración de las partículas base. La expresión "no rotar básicamente los impulsores de desintegración" se refiere a un estado en el que los impulsores de desintegración no rotan en absoluto, o los impulsores de desintegración rotan dentro de un intervalo de modo que las partículas base no experimentan desintegración, considerando las formas, tamaños, y similares de los impulsores de desintegración, con el fin de evitar la retención de diversos materiales de partida cerca de los impulsores de desintegración. En concreto, en el caso en el que los impulsores de desintegración rotan continuamente, el número de Froude es preferentemente de 200 o inferior, y más preferentemente de 100 o inferior, y en el caso en el que los impulsores de desintegración rotan de forma intermitente, el número de Froude no se limita de forma particular. La mezcla se puede obtener sin experimentar básicamente desintegración de las partículas base mediante la mezcla en las condiciones que se han descrito anteriormente.

30 La expresión "las partículas base mantienen básicamente sus formas, es decir, las partículas base no experimentan desintegración", como se usa en la presente memoria, se refiere a un estado en el que un 70% en número o superior de las partículas base de la mezcla mantienen sus formas. Un procedimiento para la confirmación de las mismas incluye, por ejemplo, un procedimiento de observación de las partículas obtenidas después de extraer un componente soluble de la mezcla resultante con un disolvente orgánico.

35 Además, el número de Froude como se define en la presente memoria descriptiva se calcula mediante la siguiente fórmula:

$$\text{Número de Froude} = V^2 / (R \times g)$$

en la que V es la velocidad periférica [m/s] de la parte del extremo de la punta del impulsor de agitación o del impulsor de desintegración;

R es el radio de rotación [m] del impulsor de agitación o del impulsor de desintegración; y

g es la aceleración de la gravedad [m/s²]

En la etapa B), se puede formular un material de partida en polvo distinto de las partículas base si se desea. La cantidad del material de partida en polvo es preferentemente de 30 partes en peso o inferior, en base a 100 partes en peso de las partículas base, desde el punto de vista de la solubilidad.

45 El término "material de partida en polvo distinto de las partículas base" como se usa en el presente documento significa un agente de refuerzo de la detergencia o un agente de absorción de aceite que está en forma de polvo a la temperatura ambiente. En concreto, los materiales de partida en polvo incluyen agentes de material base que exhiben capacidad de captura de iones metálicos tales como zeolita y citratos; agentes de material base que exhiben capacidad alcalinizante tales como carbonato sódico y carbonato potásico; agentes de material base que exhiben tanto la capacidad de captura de iones metálicos como la capacidad alcalinizante tales como silicatos cristalinos; silice amorfa y aluminosilicatos amorfos que exhiben una baja capacidad de captura de iones metálicos pero una elevada capacidad de absorción de aceite, y similares. Mediante el uso de los materiales de partida en polvo anteriores en combinación con las partículas base si se desea, se puede aumentar la cantidad de la composición tensioactiva formulada y se puede reducir la deposición de la mezcla dentro de la mezcladora, y también se puede conseguir un aumento de la detergencia.

55 Las partículas de detergente producidas de acuerdo con la presente invención contienen c) un tensioactivo no iónico que tiene un punto de fusión de 30 °C o inferior. En ese caso, el componente c) se añade a las partículas base en la etapa B). El componente c) se añade antes de la composición tensioactiva preparada en la etapa A), para controlar la estructura de los cristales líquidos y/o los cristales de la composición tensioactiva, con lo que aumenta el efecto de

evitar la difusión del componente c).

El componente c) tiene un punto de fusión de 30 °C o inferior, preferentemente 25 °C o inferior, y más preferente 22 °C o inferior. En cuanto al componente c), por ejemplo, es preferente un polímero en bloque de polioxietileno-polioxipropileno tal como un polioxialquilen alquil éter, un polioxialquilen alquil fenil éter, un alquil(polioxialquilen)poliglicósido, un éster de ácido graso de polioxialquilen sorbitán, un éster de ácido graso de polioxialquilenglicol, un polioxietileno-polioxipropileno-polioxietilen alquil éter (en lo sucesivo en el presente documento abreviado como EPE no iónico), o un polioxialquilen alquilol(ácido graso)amida.

Entre ellos, es preferente un polioxialquilen alquil éter en el que se añade óxido de alquilen en una cantidad de 4 a 12 moles (preferentemente de 6 a 10 moles) a un alcohol que tiene de 10 a 14 átomos de carbono. Aquí, óxido de alquilen incluye óxido de etileno, óxido de propileno, o similares, y es preferentemente óxido de etileno.

Además, es preferente un compuesto en el que se someten óxido de etileno y óxido de propileno, y además opcionalmente óxido de etileno, a una polimerización en bloque o a una polimerización aleatoria con el alcohol anterior, desde el punto de vista de la solubilidad, especialmente la solubilidad a baja temperatura. Entre ellos, es preferente el EPE no iónico.

Estos componentes c) se pueden usar solos o en una mezcla de dos o más clases. Además, el tensioactivo no iónico se puede usar en forma de una solución acuosa.

En el presente documento, el punto de fusión del componente c) se determina con Mettler FP81 de FP800 Thermo System (fabricado por Mettler Instrumente AG) a una velocidad de calentamiento de 0,2 °C/min.

El componente c) está contenido preferentemente en una cantidad dentro del intervalo de un 1 a un 20% en peso, y más preferentemente de un 5 a un 15% en peso de las partículas de detergente de núcleo único, desde el punto de vista de una mejora en la detergencia, un aumento de la capacidad antiaglomerante, y la supresión de la obstrucción tras convertirse en polvo.

Además, cuando las partículas de detergente de núcleo único producidas de acuerdo con la presente invención contienen el componente c), el componente c) puede contener, por ejemplo, sales de ácidos grasos, polietilenglicoles, o similares (con un peso molecular de 3.000 a 30.000) como se desvela en el documento JP-B-3161710, para evitar la generación de difusión en el componente c) y el deterioro de la capacidad antiaglomerante. Estos componentes se formulan preferentemente en una cantidad de 2 a 40 partes en peso, y más preferentemente de 2 a 30 partes en peso, en base a 100 partes en peso del componente c).

Por otra parte, en la presente invención, el agua contenida en la composición tensioactiva se retira mediante la sal inorgánica soluble en agua, y se pierde la fluidez libre de la composición tensioactiva, lo que permite la supresión de la difusión del componente c) y una mejora en la capacidad antiaglomerante incluso si el componente c) no contiene las sales de ácidos grasos, polietilenglicoles, o similares anteriores. Sin embargo, puede contener las sales de ácidos grasos, polietilenglicoles, o similares anteriores para hacer más eficaz la supresión de la difusión del componente c) y la mejora de la capacidad antiaglomerante.

Además, como otros tensioactivos, se puede añadir un tensioactivo que se conozca en el campo de los detergentes de lavandería. Cuando se añade un precursor ácido tal como un ácido alquilbencenosulfónico lineal, es preferente el procedimiento de adición del precursor ácido tal como un ácido alquilbencenosulfónico lineal antes que la composición tensioactiva para evitar la desintegración de la composición tensioactiva.

Después de mezclar la composición tensioactiva u otro tensioactivo, con las partículas base, es preferente que se añada polietilenglicol (PEG) y/o un ácido graso, y/o agua jabonosa en una cantidad de 1 a 10 partes en peso, en base a 100 partes en peso de las partículas base para revestir la superficie de las partículas base, debido a que el revestimiento mejora la capacidad antiaglomerante. Además, la adición de PEG y/o un ácido graso y/o agua jabonosa es preferente debido a que la adición permite la supresión de la agregación y el aumento de la dispersabilidad, lo que mejora la solubilidad, tras la disolución de las partículas de detergente.

Además, la temperatura dentro de la mezcladora durante la mezcla es preferentemente una temperatura que permite la mezcla eficaz de la composición tensioactiva y las partículas base mientras se evita básicamente la desintegración de las partículas base. Por ejemplo, es preferente una temperatura mayor o igual que el punto de escurrimiento de la composición tensioactiva que se va a mezclar, más preferentemente una temperatura mayor que el punto de escurrimiento en 10 °C o superior, y de forma especialmente preferente una temperatura mayor que el punto de escurrimiento en 20 °C o superior. Además, el tiempo de mezcla es preferentemente de 2 a 10 minutos o similar. El control de temperatura dentro de la mezcladora se puede realizar permitiendo que fluya agua fría o templada a través de una camisa o similar. Por lo tanto, la mezcladora que se usa para la mezcla es preferentemente una mezcladora que tiene una construcción equipada con una camisa.

El procedimiento para la mezcla de la composición tensioactiva de las partículas base puede ser un procedimiento discontinuo o un procedimiento continuo. En el caso en el que la mezcla se realice en un procedimiento discontinuo, es preferente que las partículas base se suministren previamente a la mezcladora, y después de esto se añada a

esto la composición tensioactiva. La temperatura a la que se alimenta la composición tensioactiva es preferentemente de 70 °C o inferior, y más preferentemente de 60 °C o inferior, desde el punto de vista de la estabilidad de la composición tensioactiva.

5 En el caso en el que la mezcla se realice en un procedimiento discontinuo, la mezcladora no se limita de forma particular, siempre que se use una mezcladora que se use habitualmente para la mezcla en un proceso discontinuo. Por ejemplo, como mezcladora en la que los impulsores de mezcla tiene forma de remo, (1) una mezcladora en la que la mezcla de los polvos se realiza disponiendo un eje de agitación en la parte interior del recipiente de mezcla y acoplado los impulsores de agitación al eje de agitación: por ejemplo, Mezcladora Henschel (fabricada por Mitsui Miike Machinery Co., Ltd.), Mezcladora de Alta Velocidad (fabricada por Fukae Powtec Corp.), Granulador Vertical (fabricado por Powrex Corp.), Mezcladora Lödige (fabricada por MATSUBO CORPORATION), Mezcladora PLOUGH SHARE (fabricada por PACIFIC MACHINERY & ENGINEERING Co., LTD.), Mezcladora TSK-MTI (fabricada por Tsukishima Kikai CO., LTD.) y una máquina de mezcla descrita en los documentos JP-A-Hei-10-296064 o JP-A-Hei-10-296065, o similares; como mezcladora en la que los impulsores de mezcla tienen forma de tipo cinta, (2) una mezcladora en la que la mezcla se realiza mediante la rotación espiral de impulsores de cinta en un recipiente que no rota que es cilíndrico, semicilíndrico, o cónico: por ejemplo, Mezcladora Ribbon (fabricada por Nichiwa Kikai Kogyo K.K.), Amasadora Discontinua (fabricada por Satake Kagaku Kikai Kogyo K.K.), Mezcladoras/Secadoras Conical Ribbon (fabricadas por Okawara MFG. CO., LTD.), Mezcladora Julia (fabricada por TOKUJU CORPORATION), o similares; como mezcladora en la que los impulsores de mezcla tienen forma de tornillo, (3) una mezcladora en la que la mezcla se realiza haciendo girar un tornillo a lo largo de un recipiente cónico, centrando la autorotación alrededor de un eje de rotación que se dispone de forma paralela a la pared del recipiente: por ejemplo, Mezcladora Nauta (fabricada por Hosokawa Micron Corp.), Mezcladora SV (fabricada por Shinko Pantec Co., Ltd.), o similares.

Además, en el caso en el que la mezcla se realice en un procedimiento continuo, la mezcladora no se limita de forma particular, siempre que se use una mezcladora continua que se use habitualmente para la mezcla en un proceso continuo. Por ejemplo, las partículas base y la composición tensioactiva se pueden mezclar usando una mezcladora de tipo continuo entre las mezcladoras mencionadas anteriormente.

[Etapa C)]

La etapa C) es una etapa de modificación de superficie de la mezcla obtenida en la etapa B) con un polvo fino. Al realizar esta etapa C), se pueden obtener partículas de detergente que poseen una mejora en la fluidez libre y la capacidad antiaglomerante.

Como polvo fino, es preferente un polvo fino en el que las partículas principales tengan un tamaño medio de partícula de 20 µm o inferior, desde el punto de vista de la mejora de la relación de revestimiento de las partículas de polvo, y de la mejora de la fluidez libre y la capacidad antiaglomerante de las partículas de polvo. El tamaño medio de partícula se determina mediante un procedimiento que utiliza dispersión de luz, por ejemplo un analizador de partículas (fabricado por HORIBA, LTD.), o mediante observación al microscopio.

Como polvo fino, es deseable un aluminosilicato, y se puede usar un polvo fino inorgánico tal como silicato de calcio, dióxido de silicio, bentonita, tripolifosfato sódico, talco, arcilla, un derivado de sílice amorfa, o un compuesto de silicato tal como un compuesto de silicato cristalino, o un jabón metálico en el que las partículas principales tengan un tamaño de 20 µm o inferior.

Además, es preferente que el polvo fino tenga una alta capacidad de intercambio iónico y capacidad alcalinizante, desde el punto de vista de la detergencia.

La cantidad usada del polvo fino es preferentemente de 0,5 a 40 partes en peso, y más preferentemente de 1 a 30 partes en peso, en base a 100 partes en peso de la mezcla obtenida en etapa B) desde el punto de vista de la fluidez libre y la sensación de uso.

45 Como condiciones de mezcla en la etapa C), se pueden seleccionar condiciones de mezcla en las que se mantenga básicamente la forma de las partículas base que contiene la composición tensioactiva. Las condiciones de mezcla preferentes son el uso de una mezcladora equipada tanto con impulsores de agitación como con impulsores de desintegración. Cuando se usa una mezcladora como se ha mencionado anteriormente, los impulsores de agitación equipados en la mezcladora tienen preferentemente un número de Froude de 10 o inferior, y más preferentemente de 7 o inferior, desde el punto de vista de evitar la desintegración de las partículas base. Los impulsores de agitación tienen preferentemente un número de Froude de 2 o superior, e incluso más preferentemente de 3 o superior, desde el punto de vista de la eficacia de la mezcla con el polvo fino y de la dispersión del polvo fino. Además, los impulsores de desintegración tienen preferentemente un número de Froude de 8000 o inferior, y más preferentemente de 5000 o inferior, desde el punto de vista de la eficacia de mezcla con el polvo fino y de la dispersión del polvo fino. Cuando el número de Froude está dentro de este intervalo, se pueden obtener partículas de detergente de núcleo único que tienen una excelente fluidez libre.

Las mezcladoras preferentes incluyen mezcladoras equipadas tanto con impulsores de agitación como con impulsores de desintegración entre las mezcladoras que se usan en la etapa B). Además, usando mezcladoras

separadas para la etapa B) y etapa C), se facilita el control de la temperatura de la mezcla. Por ejemplo, cuando se añade un componente que no es resistente al calor tal como perfume o una enzima durante el curso o después de la conclusión de la etapa C), es preferente que se controle la temperatura de la mezcla en la etapa C). La temperatura se puede controlar colocando una camisa de temperatura o aireación. Para un transporte eficaz de la mezcla obtenida en la etapa B) a la mezcladora de la etapa C), también es una realización preferente añadir una parte de polvo fino a la conclusión de la etapa B).

[Partículas de detergente de núcleo único]

Las partículas de detergente de núcleo único se obtienen de la forma que se ha descrito anteriormente. Entre ellas, como partículas de detergente de núcleo único, son preferentes las que contienen de un 20 a un 80% en peso de las partículas base, de un 5 a un 30% en peso del componente a), un polvo fino como agente de modificación, y componentes de detergente añadidos separadamente (por ejemplo, un agente fluorescente, una enzima, un perfume, un agente antiespumante, un agente blanqueante, un activador blanqueante, o similares).

[Propiedades físicas de las partículas de detergente de núcleo único]

En la presente invención, el término "partícula de detergente de núcleo único" se refiere a la composición de detergente que se produce en la que la partícula base se usa como núcleo, que es una partícula de detergente en la que una partícula de detergente individual tiene básicamente una partícula base como núcleo.

Como índice para expresar la propiedad de núcleo único de las partículas de detergente, se puede usar el grado de crecimiento de partícula definido mediante la siguiente fórmula. Las partículas de detergente de núcleo único a las que se hace referencia el presente documento tienen un grado de crecimiento de partícula de 1,5 o inferior, preferentemente de 1,4 o inferior, y más preferente de 1,3 o inferior. Aunque no se limita de forma particular el límite inferior, el grado de crecimiento de partícula es preferentemente de 1,0 o superior.

$$\text{Grado de crecimiento de partícula} = \frac{\text{Tamaño medio de partícula de las partículas de detergente que se obtienen en la etapa C)}}{\text{Tamaño medio de partícula de las partículas base}}$$

En la partícula de detergente de núcleo único anterior, dado que se evita la agregación intrapartícula, existen algunas ventajas, tales como que es menos probable que se formen partículas (partículas agregadas) que tienen tamaños fuera del intervalo de tamaño de partícula deseado, y que la distribución de tamaño de partícula es definida.

Las partículas de detergente de núcleo único tienen un tamaño medio de partícula de 150 μm o superior, preferentemente de 150 a 500 μm, y más preferentemente de 180 a 350 μm.

Las partículas de detergente de núcleo único tienen preferentemente una densidad aparente de 300 a 1000 g/l, más preferentemente de 500 a 1000 g/l, incluso más preferentemente de 600 a 1000 g/l, y de forma especialmente preferente de 650 a 850 g/l.

En el caso en el que la densidad aparente sea baja como se desea en la presente invención, se puede emplear un procedimiento que incluye la etapa de, por ejemplo, añadir un tensioactivo o similar a una suspensión secada por pulverización, reduciendo de este modo la densidad aparente de la partícula base; formular un material de partida en polvo que tiene una densidad aparente menor que la partícula base como material de partida en polvo distinto de la partícula base en la etapa B); reducir la cantidad de composición tensioactiva que se mezcla con la partícula base; o similares.

Las partículas de detergente de núcleo único tienen preferentemente una fluidez libre, en términos de tiempo de flujo, de 10 segundos o inferior, y más preferentemente de 8 segundos o inferior. El tiempo de flujo se refiere al período de tiempo que se requiere para que caigan en cascada 100 ml de polvo desde la tolva usada en la medición de la densidad aparente como se define según la norma JIS K 3362.

El rendimiento de las partículas de detergente de núcleo único se calcula dividiendo el peso de muestra que pasa a través de un tamiz que tiene una apertura de 1180 μm entre el peso de la muestra completa. El rendimiento es preferentemente de un 90% o superior, y más preferentemente de un 95% o superior.

Las partículas de detergente de núcleo único que se obtienen mediante el procedimiento de producción que tiene la constitución que se ha descrito anteriormente tienen, como se ha mencionado anteriormente, una supresión en el crecimiento de partícula, y una distribución de tamaño de partícula definida, y tienen una mejora en la apariencia

externa y una fluidez libre favorable, con lo que se pueden obtener partículas de detergente que tienen una excelente solubilidad con un elevado rendimiento.

Como índice para la solubilidad en la presente invención, se puede usar una relación de disolución a 60 segundos de las partículas de detergente. La relación de disolución es preferentemente de un 80% o superior, y más preferentemente de un 90% o superior.

La relación de disolución a 60 segundos de las partículas de detergente se calcula mediante el procedimiento que se describe a continuación. Un vaso de precipitados de 1 l (con una forma cilíndrica que tiene un diámetro interno de 105 mm y una altura de 150 mm, por ejemplo, un vaso de precipitados fabricado por Iwaki Glass Co., Ltd.) se carga con 1 l de agua dura enfriada a 5 °C y que tiene una dureza de agua que corresponde a 71,2 mg de CaCO₃/l (con una relación molar de Ca/Mg: 7/3). Manteniendo la temperatura del agua constante a 5 °C con un baño de agua, se agita el agua con un agitador [longitud: 35 mm y diámetro: 8 mm, por ejemplo, el modelo "TEFLON SA" (MARUGATA-HOSOGATA), fabricado por ADVANTEC] con una velocidad de rotación (800 r/min), de modo que la profundidad del remolino con respecto a la profundidad de agua sea de aproximadamente 1/3. Se suministran las partículas de detergente que se reducen a muestra y se pesan exactamente de modo que su peso sea 1,0000 g ± 0,0010 g y se dispersan en el agua con agitación, y se continúa la agitación. Después de 60 segundos del suministro de las partículas, se filtra la dispersión líquida de las partículas de detergente del vaso de precipitados con un tamiz estándar (diámetro: 100 mm) de un peso conocido que tiene una apertura de tamiz de 74 μm como se define mediante la norma JIS Z 8801. Después de esto, las partículas de detergente que contienen agua que permanecen en el tamiz se recogen en un recipiente abierto de un peso conocido junto con el tamiz. Por otra parte, el tiempo de operación desde el comienzo de la filtración a la recolección del tamiz se ajusta a 10 s ± 2 s. El remanente insoluble de las partículas de detergente recolectadas se seca durante una hora en un secador eléctrico calentado a 105 °C. Después de esto, el remanente insoluble seco se enfría manteniéndolo en un desecador con gel de sílice (25 °C) durante 30 minutos. Después de enfriar el remanente insoluble, se mide el peso total del remanente insoluble seco de detergente, el tamiz y el recipiente de recolección, y se calcula la relación de disolución (%) de las partículas de detergente mediante la fórmula (2):

$$\text{Relación de disolución (\%)} = \{1 - (T/S)\} \times 100 \quad (2)$$

en la que S es el peso (g) de las partículas de detergente suministradas; y T es el peso en seco (g) del remanente insoluble de las partículas de detergente que permanece en el tamiz cuando la solución acuosa preparada en las condiciones de agitación mencionadas anteriormente se filtra con el tamiz (condiciones de secado: mantener a una temperatura de 105 °C durante 1 hora, y después de esto mantener durante 30 minutos en un desecador (25 °C) que contiene gel de sílice).

Además, las partículas de detergente de la presente invención son excelentes en la propiedad de prevención de difusión del tensioactivo no iónico. La propiedad de difusión del tensioactivo no iónico se evalúa como sigue a continuación.

Se hace una caja con la parte superior abierta que tiene unas dimensiones de 10,2 cm de longitud, 6,2 cm de anchura, y 4 cm de altura, con papel de filtro (Nº 2, fabricado por ADVANTEC) grapando el papel de filtro en cuatro esquinas. Se dibujan previamente con un marcador basado en aceite dos líneas que se cruzan entre sí, a lo largo de las diagonales de la parte que corresponde al fondo de la caja. La caja se carga con una muestra de 200 ml, y se cierra herméticamente con una cubierta acrílica. La muestra se deja reposar en un termostato a una temperatura de 30 °C durante 7 días, y se evalúa la propiedad de difusión del tensioactivo no iónico.

El juicio se realiza mediante examen visual del grado de difusión del marcador basado en aceite dibujado en el fondo de la caja después de la descarga de la muestra. La evaluación se realiza según las categorías 1 a 5, y el estado de cada categoría es el que sigue.

Categoría 1: no existe difusión en absoluto;

Categoría 2: la difusión se genera en una parte de las líneas, como un estado en el que crecen cilios;

Categoría 3: la difusión se genera casi en una línea entera, siendo el espesor medio de la línea del marcador menor que 2,0 veces;

Categoría 4: la difusión se genera en una línea entera, siendo el espesor medio de la línea del marcador 2,0 veces o superior y menor que 3,0 veces; y

Categoría 5: la difusión se genera en una línea entera, siendo el espesor medio de la línea del marcador de 3,0 veces o superior.

En la presente invención, son productos aceptables los que tienen una evaluación del grado de difusión mencionado anteriormente según la categoría 1 a 2.

Ejemplos

La presente invención se describirá adicionalmente a continuación en el presente documento mediante los Ejemplos que se ofrecen a continuación.

Ejemplo 1

Las partículas base usadas en los Ejemplos de Referencia 1-1, 1-2, 1-4, 1-5 y en los Ejemplos 1-3 y 1-6 a 1-8 se produjeron mediante los siguientes procedimientos. Se añadió una cantidad de 460 kg de agua a un recipiente de mezcla de 1 m³ que tiene impulsores de agitación. Después de que la temperatura del agua alcanzara 55 °C, se añadieron a esto 120 kg de sulfato sódico, 140 kg de carbonato sódico y 5 kg sulfito sódico. Después de agitar la mezcla durante 10 minutos, se añadieron a esto 170 kg de una solución acuosa al 40% en peso de poliacrilato sódico. Después de agitar la mezcla durante un periodo adicional de 10 minutos, se añadieron a esto 40 kg de cloruro sódico y 140 kg de zeolita, y la mezcla resultante se agitó durante 30 minutos, para obtener una suspensión homogénea. La temperatura final de esta suspensión fue de 58 °C.

- 5
- 10 Esta suspensión se pulverizó con una presión de pulverización de 25 kg/cm² desde una boquilla de pulverización a presión dispuesta cerca de la parte superior de una torre de secado por pulverización. El gas a alta temperatura que alimenta la torre de secado por pulverización se suministró a una temperatura de 225 °C por el fondo de la torre y escapó a una temperatura de 105 °C por la parte superior de la torre. El contenido de agua de las partículas base fue de un 1,6%.
- 15 Las partículas base resultantes tuvieron unas propiedades físicas tales que las partículas base tuvieron un tamaño medio de partícula de 281 μm, una densidad aparente de 506 g/l, una fluidez libre de 5,8 segundos, y una capacidad de soporte de 45 ml/100 g.

Las partículas base usadas en los Ejemplos 1-10 y en el Ejemplo de Referencia 1-9 se produjeron mediante los siguientes procedimientos. Se añadió una cantidad de 430 kg de agua a un recipiente de mezcla de 1 m³ que tiene impulsores de agitación. Después de que la temperatura del agua alcanzara 55 °C, se añadieron a esto 160 kg de sulfato sódico. Después de agitar la mezcla durante 5 minutos, se añadieron a esto 100 kg de silicato sódico (ingrediente eficaz: 40%) y 10 kg de carboximetil celulosa. Después de agitar la mezcla durante 5 minutos, se añadieron a esto 60 kg de tripolifosfato sódico y 130 kg de carbonato sódico. Después de agitar la mezcla durante 15 minutos, se añadieron a esto 60 kg de una solución al 40% en peso de poliacrilato sódico. La mezcla resultante se agitó durante 30 minutos, para obtener una suspensión homogénea. La temperatura final de esta suspensión fue de 60 °C.

- 20
- 25
- 30 Esta suspensión se pulverizó con una presión de pulverización de 40 kg/cm² desde una boquilla de pulverización a presión dispuesta cerca de la parte superior de una torre de secado por pulverización. El gas a alta temperatura que alimenta la torre de secado por pulverización se suministró a una temperatura de 235 °C por el fondo de la torre y escapó a una temperatura de 115 °C por la parte superior de la torre. El contenido de agua de las partículas base fue de un 2,0%.

Las partículas base resultantes tuvieron unas propiedades físicas tales que las partículas base tuvieron un tamaño medio de partícula de 203 μm, una densidad aparente de 420 g/l, una fluidez libre de 6,4 segundos, y una capacidad de soporte de 32 ml/100 g.

- 35 Las partículas base usadas en el Ejemplo de Referencia 1-11 se produjeron mediante los siguientes procedimientos. Se añadió una cantidad de 413 kg de agua a un recipiente de mezcla de 1 m³ que tiene impulsores de agitación. Después de que la temperatura del agua alcanzara 55 °C, se añadieron a esto 135 kg de sulfato sódico. Después de agitar la mezcla durante 5 minutos, se añadieron a esto 60 kg de silicato sódico (ingrediente eficaz: 40%) y 12 kg de carboximetil celulosa. Después de agitar la mezcla durante 5 minutos, se añadieron a esto 50 kg de tripolifosfato sódico y 150 kg de carbonato sódico. Después de agitar la mezcla durante 15 minutos, se añadieron a esto 130 kg de una solución al 40% en peso de poliacrilato sódico. Después de agitar la mezcla resultante durante un periodo adicional de 10 minutos, se añadieron a esto 50 kg de cloruro sódico, y la mezcla resultante se agitó durante 30 minutos, para obtener una suspensión homogénea. La temperatura final de esta suspensión fue de 60 °C.

- 40
- 45 Esta suspensión se pulverizó con una presión de pulverización de 35 kg/cm² desde una boquilla de pulverización a presión dispuesta cerca de la parte superior de una torre de secado por pulverización. El gas a alta temperatura que alimenta la torre de secado por pulverización se suministró a una temperatura de 235 °C por el fondo de la torre y escapó a una temperatura de 112 °C por la parte superior de la torre. El contenido de agua de las partículas base fue de un 1,2%.

- 50 Las partículas base resultantes tuvieron unas propiedades físicas tales que las partículas base tuvieron un tamaño medio de partícula de 240 μm, una densidad aparente de 374 g/l, una fluidez libre de 6,0 segundos, y una capacidad de soporte de 30 ml/100 g.

Además, los componentes de la composición tensioactiva usados en los Ejemplos de Referencia 1-1, 1-2, 1-4, 1-5, 1-9, 1-11, en los Ejemplos 1-3, 1-6, 1-7, 1-8 y 1-10 y en Ejemplos Comparativos 1-1 a 1-2 son los que se listan en la Tabla 1.

55

Ejemplo de Referencia 1-1

5 Se suministraron 100 partes en peso de partículas base calentadas previamente a 50 °C y materiales de partida en polvo en las cantidades en partes en peso que se listan en la Tabla 2 a una Mezcladora Lödige (fabricada por
10 MATSUBO CORPORATION; capacidad: 20 l, equipada con una camisa), y se inició la rotación del eje principal (velocidad de rotación del eje principal: 80 r/min, número de Froude de los impulsores de agitación: 1,07). En este punto, se dejó que fluyera agua caliente a 80 °C a través de la camisa a 10 l/minuto, sin rotación de la desmenuzadora (equipada con impulsores de desintegración). Después de agitar los componentes con la rotación del eje principal durante 1 minuto, se suministraron 44 partes en peso de una composición tensioactiva a 60 °C durante 2 minutos, y los componentes se mezclaron a continuación durante 6 minutos. Las rotaciones se detuvieron temporalmente, y se suministraron a la mezcladora 5,3 partes en peso de un silicato cristalino listado en la Tabla 2. Las rotaciones del eje principal (velocidad de rotación: 150 r/min, número de Froude de los impulsores de agitación: 3,8) y de la desmenuzadora (velocidad de rotación de la desmenuzadora: 3600 r/min, número de Froude de los impulsores de desintegración: 1010) se activaron durante 15 segundos. Después de los 15 segundos, se detuvo la rotación de la desmenuzadora, y se realizó la rotación solamente con el eje principal durante un periodo adicional de 15 segundos. La rotación se detuvo temporalmente, y se suministraron a esto 13 partes en peso de un polvo fino (zeolita). Las rotaciones del eje principal (velocidad de rotación: 150 r/min, número de Froude de los impulsores de agitación: 3,8) y de la desmenuzadora (velocidad de rotación de la desmenuzadora: 3600 r/min, número de Froude de los impulsores de desintegración: 1010) se activaron durante 15 segundos. Después de los 15 segundos, se detuvo la rotación de la desmenuzadora, y se realizó la rotación solamente con el eje principal durante un periodo adicional de 30 segundos, y a continuación se descargaron las partículas de detergente resultantes. Las propiedades físicas de las partículas de detergente resultantes fueron las que se listan en la Tabla 2.

25 Por otra parte, en la Tabla 2, además del tamaño medio de partícula (partículas enteras) de las partículas de detergente, también se lista junto a estas el tamaño medio de partícula de las partículas de detergente que pasaron a través del tamiz que tiene una apertura de 1180 µm usado en el cálculo del rendimiento. Se determinaron y/o se evaluaron la fluidez libre, la densidad aparente, y la relación de disolución de las partículas de detergente, y la propiedad de difusión del componente c) usando las partículas de detergente que se dejaron pasar a través del tamiz mencionado anteriormente para excluir las partículas agregadas o gruesas:

[Tabla 1]

	Ej.											Ej. Comp.	
	1-1*	1-2*	1-3	1-4*	1-5*	1-6	1-7	1-8	1-9*	1-10	1-11*	1-1	1-2
Composición Tensioactiva *1													
a) R-OSO ₃ Na (C12/14/16 = 67/27/6)	100	-	100	100	100	100	100	100	100	100	-	100	100
a) R-OSO ₃ Na (C14 = 100)	-	100	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
b) Agua	38,9	42,9	38,9	38,9	38,9	38,9	38,9	38,9	39	39	42,9	38,9	38,9
Viscosidad [Pa.s] de la composición tensioactiva a 60 °C	4,2	3,7	4,2	4,2	4,2	4,2	4,2	4,2	4,2	4,2	3,7	4,2	4,2
*1: partes en peso													

* Ejemplo de Referencia

[Tabla 2]

Composición de partículas de detergente (partes en peso)	Ej.											Ej. Comp.	
	1-1*	1-2*	1-3	1-4*	1-5*	1-6	1-7	1-8	1-9*	1-10	1-11*	1-1	1-2
Composición Tensioactiva	44	45	31	31	31	47	15	31	31	22	34	44	44
c) Polioxietileno alquil éter	-	-	22	22	22	11	32	22	0	16	-	-	-
Polietilenglicol	-	-	-	-	-	-	-	2,0	-	1,5	1	-	-
Ácido graso	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Partículas base	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	-	-
Polvo sustitutivo de partícula base	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	100	100
Material de partida en polvo													
Carbonato sódico	3,2	3,2	3,2	3,2	3,2	3,2	3,2	3,2	3,2	3,2	-	3,2	3,2
Silicato cristalino	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	-	14	14
Polvo fino													
Silicato cristalino	5,3	5,3	5,3	5,3	5,3	5,3	5,3	5,3	5,3	5,3	-	5,3	5,3
Zeolita	13	13	13	13	13	13	13	13	13	0	34	85	64
Tripolifosfato sódico	-	-	-	-	-	-	-	-	-	20	-	-	-
Tamaño medio de partícula de las partículas de detergente [µm] (partículas enteras)	351	363	334	311	326	329	322	345	246	223	265	898	886
Rendimiento [%]	91	91	97	98,6	97	93	99	97	94	99	98	57	58
Grado de crecimiento de partícula [-]	1,249	1,2918	1,19	1,1068	1,1643	1,17	1,15	1,2278	1,21	1,1	1,1	-	-
Tamaño medio de partícula de las partículas de detergente [µm] (las que tienen tamaños de paso de tamiz de 1180 µm)	312	318	306	308	303	304	318	322	229	220	264	591	553
Fluidez libre de las partículas de detergente [s]	6,1	6,3	6,6	6,6	6,5	6,7	6,7	6,5	6,9	6,8	7	7,3	8,6
Densidad aparente de las partículas de detergente [g/l]	580	612	644	677	652	641	681	643	551	585	468	815	862
Relación de disolución de las partículas de detergente [%]	81.1	81	96	97	94	91	99	95	84	98	99	61,3	62,6
Propiedad de difusión del componente c)	-	-	1	2	2	1	2	1	-	1	-	-	-

* Ejemplo de Referencia

En las Tablas 1 y 2, se usaron los siguientes componentes.

Carbonato sódico: fabricado por Central Glass Co., Ltd. con el nombre comercial de DENSE ASH, tamaño medio de partícula: 290 μm , densidad aparente: 980 g/l;

Silicato cristalino: fabricado por K.K. Tokuyama Siltex con el nombre comercial de Prefeed N (polvo pulverizado hasta un tamaño con tamaño medio de partícula de 18 μm);

Zeolita: fabricado por Zeobuilder con el nombre comercial de Zeobuilder (zeolita de tipo 4A, tamaño medio de partícula 3,5 μm);

Tripolifosfato sódico: fabricado por SHIMONOSEKI MITSUI CHEMICALS, INC. con el nombre comercial de tripolifosfato sódico (polvo pulverizado hasta un tamaño con tamaño medio de partícula de 15 μm);

Polioxietilén alquil éter: fabricado por Kao Corporation con el nombre comercial de EMULGEN 108KM (número medio de moles de óxido de etileno añadidos: 8,5, número de átomos de carbono del resto alquilo: 12-14), punto de fusión: 18 °C);

Polietilenglicol: fabricado por Kao Corporation con el nombre comercial de K-PEG6000LA (peso molecular promedio: 8500, punto de fusión: 60 °C); y

Ácido graso: fabricado por Kao Corporation con el nombre comercial de LUNAC P-95.

El componente b) de la composición tensioactiva listada en la Tabla 1 se encontraba en 39 partes en peso, en base a 100 partes en peso del componente a), y la viscosidad de la composición tensioactiva fue de 4,2 Pa·s (60 °C)

Ejemplo de Referencia 1-2

Las partículas de detergente se obtuvieron de la misma manera que en el Ejemplo de Referencia 1-1 con los componentes que se listan en la Tabla 2. Las propiedades físicas de las partículas de detergente resultantes se muestran en la Tabla 2.

Aquí, como componente a) de la composición tensioactiva usada en el Ejemplo de Referencia 1-2, se usó uno que tiene una longitud de cadena alquilo de 14. Los componentes y la viscosidad son como se muestran en la Tabla 1.

Ejemplo 1-3

Se suministraron 100 partes en peso de partículas base calentadas previamente a 50 °C y materiales de partida en polvo en las cantidades en partes en peso que se listan en la Tabla 2 a una Mezcladora Lödige (fabricada por MATSUBO CORPORATION; capacidad: 20 L, equipada con una camisa), y se inició la rotación del eje principal (velocidad de rotación del eje principal: 80 r/min, número de Froude de los impulsores de agitación: 1,07). En este punto, se dejó que fluyera agua caliente a 80 °C a través de la camisa a 10 l/minuto, sin rotación de la desmenuzadora (equipada con impulsores de desintegración). Después de agitar con la rotación del eje principal durante 1 minuto, se suministraron 22 partes en peso del polioxietilén alquil éter a 60 °C durante 1 minuto, y posteriormente se suministraron 31 partes en peso de una composición tensioactiva a 60 °C durante 1 minuto, y los componentes se mezclaron a continuación durante 6 minutos. Las rotaciones se detuvieron temporalmente, y se suministraron a la mezcladora 5,3 partes en peso de un silicato cristalino listado en la Tabla 2. Las rotaciones del eje principal (velocidad de rotación: 150 r/min, número de Froude de los impulsores de agitación: 3,8) y de la desmenuzadora (velocidad de rotación de la desmenuzadora: 3600 r/min, número de Froude de los impulsores de desintegración: 1010) se activaron durante 15 segundos. Después de los 15 segundos, se detuvo la rotación de la desmenuzadora, y se realizó la rotación solamente con el eje principal durante un periodo adicional de 15 segundos. La rotación se detuvo temporalmente, y se suministraron a esto 13 partes en peso de un polvo fino (zeolita). Las rotaciones del eje principal (velocidad de rotación: 150 r/min, número de Froude de los impulsores de agitación: 3,8) y de la desmenuzadora (velocidad de rotación de la desmenuzadora: 3600 r/min, número de Froude de los impulsores de desintegración: 1010) se activaron durante 15 segundos. Después de los 15 segundos, se detuvo la rotación de la desmenuzadora, y se realizó la rotación solamente con el eje principal durante un periodo adicional de 30 segundos, y se descargaron las partículas de detergente resultantes. Las propiedades físicas de las partículas de detergente resultantes fueron las que se listan en la Tabla 2.

Aquí, en el Ejemplo 1-3, como composición tensioactiva, se usó la misma que se usó en el Ejemplo de Referencia 1-1. Los componentes y la viscosidad son como se muestran en la Tabla 1.

Ejemplo de Referencia 1-4

Se obtuvieron las partículas de detergente de la misma manera que en el Ejemplo 1-3 con los componentes que se listan en la Tabla 2, con la condición de que el polioxietilén alquil éter y la composición tensioactiva se mezclaran previamente y a continuación se añadieran durante 2 minutos. Las propiedades físicas de las partículas de detergente resultantes se muestran en la Tabla 2.

Aquí, la composición tensioactiva usada en el Ejemplo de Referencia 1-4 fue la misma que la que se usó en el Ejemplo de Referencia 1-1. Los componentes y la viscosidad son como se muestran en la Tabla 1.

Ejemplo de Referencia 1-5

5 Se obtuvieron las partículas de detergente de la misma manera que en el Ejemplo 1-3 con los componentes que se listan en la Tabla 2, excepto en que la composición tensioactiva se suministró durante 1 minuto, y después de esto se suministró el polioxietilen alquil éter durante 1 minuto. Las propiedades físicas de las partículas de detergente resultantes se muestran en la Tabla 2.

Aquí, la composición tensioactiva usada en el Ejemplo de Referencia 1-5 fue la misma que la que se usó en el Ejemplo de Referencia 1-1. Los componentes y la viscosidad son como se muestran en la Tabla 1.

Ejemplos 1-6 y 1-7

10 Se obtuvieron las partículas de detergente de la misma manera que en el Ejemplo 1-3 con los componentes que se listan en la Tabla 2, excepto por las cantidades del polioxietilen alquil éter y de la composición tensioactiva. Las propiedades físicas de las partículas de detergente resultantes se muestran en la Tabla 2.

Aquí, las composiciones tensioactivas usadas en Ejemplos 1-6 y 1-7 fueron las mismas que la que se usó en el Ejemplo de Referencia 1-1. Los componentes y la viscosidad son como se muestran en la Tabla 1.

Ejemplo 1-8

15 Se suministró el polioxietilen alquil éter y a continuación se suministró la composición tensioactiva de la misma manera que en el Ejemplo 1-3 con los componentes que se listan en la Tabla 2, con la condición de que se mezclaran previamente 2,0 partes en peso de polietilenglicol con el polioxietilen alquil éter, y a continuación se añadieran la mezcla. Después de mezclar los componentes durante 4 minutos, se añadieron a esto 3,6 partes en peso del ácido graso durante 1 minuto, posteriormente se realizó la mezcla durante 1 minuto, y las rotaciones se detuvieron temporalmente. Los procedimientos posteriores se realizaron de la misma manera que en el Ejemplo 1-3. Las propiedades físicas de las partículas de detergente resultantes se muestran en la Tabla 2.

Aquí, la composición tensioactiva usada en el Ejemplo 1-8 fue la misma que la que se usó en el Ejemplo de Referencia 1-1. Los componentes y la viscosidad son como se muestran en la Tabla 1.

25 Se puede observar que en todos los Ejemplos de Referencia 1-4, 1-5 y los Ejemplos 1-3, 1-6 a 1-8 en los que se añadió el polioxietilen alquil éter al componente c) se evitó la difusión del componente c). Entre ellos, se puede evitar además la difusión mediante la mezcla del componente c) con las partículas base antes de la mezcla con la composición tensioactiva. Además, se puede observar que se causan efectos similares mediante la mezcla del polietilenglicol con el componente c). Además, las partículas de detergente a las que se añadió el componente c) no dieron la sensación de obstrucción tras la manipulación.

Ejemplo de Referencia 1-9

30 Se obtuvieron las partículas de detergente de la misma manera que en el Ejemplo 1-1 con los componentes que se listan en la Tabla 2. Las propiedades físicas de las partículas de detergente resultantes se muestran en la Tabla 2.

Ejemplo 1-10

35 Se obtuvieron las partículas de detergente de la misma manera que en el Ejemplo 1-8 con los componentes que se listan en la Tabla 2. Aquí, como polvo fino, se usó tripolifosfato sódico. Las propiedades físicas de las partículas de detergente resultantes se muestran en la Tabla 2.

Ejemplo de Referencia 1-11

40 Se suministró el material de partida en polvo compuesto de 100 partes en peso de las partículas base calentadas previamente a 50 °C a una Mezcladora Lödige (fabricada por MATSUBO CORPORATION; capacidad: 20 L, equipada con una camisa), y se inició la rotación del eje principal (velocidad de rotación del eje principal: 80 r/min, número de Froude de los impulsores de agitación: 1,07). Por otra parte, se dejó que fluyera agua caliente a 80 °C a través de la camisa a 10 l/minuto, sin rotación de la desmenuzadora (equipada con impulsores de desintegración). Después de agitar los componentes con la rotación del eje principal durante 1 minuto, se suministró 1,0 parte en peso del polietilenglicol a 60 °C durante 1 minuto, y posteriormente se suministraron 34 partes en peso de una composición tensioactiva a 60 °C durante 2 minutos, y los componentes se mezclaron a continuación durante 6 minutos. Las rotaciones se detuvieron temporalmente, y se suministraron a esto 34 partes en peso de un polvo fino (zeolita). Las rotaciones del eje principal (velocidad de rotación: 150 r/min, número de Froude de los impulsores de agitación: 3,8) y de la desmenuzadora (velocidad de rotación de la desmenuzadora: 3600 r/min, número de Froude de los impulsores de desintegración: 1010) se activaron durante 15 segundos. Después de los 15 segundos, se detuvo la rotación de la desmenuzadora, y se realizó la rotación solamente con el eje principal durante un periodo adicional de 30 segundos, y se descargaron las partículas de detergente resultantes. Las propiedades físicas de las partículas de detergente resultantes fueron las que se listan en la Tabla 2.

5 Por otra parte, en la Tabla 2, además del tamaño medio de partícula (partículas enteras) de las partículas de detergente, también se lista junto a estas el tamaño medio de partícula de las partículas de detergente que pasaron a través del tamiz que tiene una apertura de 1180 μm usado en el cálculo del rendimiento. Se determinaron y/o se evaluaron la fluidez libre, la densidad aparente, y la relación de disolución de las partículas de detergente, y la propiedad de difusión del componente c) usando las partículas de detergente que se dejaron pasar a través del tamiz mencionado anteriormente para excluir las partículas agregadas o gruesas.

Ejemplo Comparativo 1-1

10 Las partículas de detergente se obtuvieron de la misma manera que en el Ejemplo de Referencia 1-1 con los componentes que se listan en la Tabla 2, usando un polvo sustitutivo de partícula base en lugar de las partículas base. Aquí, en el Ejemplo Comparativo 1-1, como polvo sustitutivo de partícula base, se usó un polvo producido mediante la mezcla en seco de los componentes de modo que tuviera la relación del material de partida en polvo mezclado en las partículas base en una determinada relación composicional. Las propiedades físicas de las partículas de detergente resultantes se muestran en la Tabla 2. Se obtuvieron partículas de detergente que tienen una excelente fluidez libre de la misma manera que en los Ejemplos de Referencia 1-1, 1-2, 1-4, 1-5, 1-9, 1-11 y en los Ejemplos 1-3, 1-6, 1-7, 1-8 y 1-10; sin embargo, la cantidad de polvo fino de agente de modificación (zeolita) que fue necesaria para obtener un detergente que tiene una excelente fluidez libre aumentó dramáticamente en comparación con la de los Ejemplos de Referencia 1-1, 1-2, 1-4, 1-5, 1-9, 1-11 y los Ejemplos 1-3, 1-6, 1-7, 1-8 y 1-10. Además, tuvo lugar la agregación de las partículas y la formación de partículas gruesas, disminuyendo de ese modo dramáticamente el rendimiento. Además, la relación de disolución disminuyó. La cantidad y el rendimiento del polvo fino añadido en esta ocasión, y el tamaño medio de partícula, la fluidez libre, la densidad aparente, y la relación de disolución de las partículas de detergente se muestran en la Tabla 2.

Aquí, la composición tensioactiva usada en el Ejemplo Comparativo 1-1 fue la misma que la que se usó en el Ejemplo de Referencia 1-1. Los componentes y el contenido de agua y la viscosidad son las que se muestran en la Tabla 1.

25 Ejemplo Comparativo 1-2

Las partículas de detergente se obtuvieron de la misma manera que en el Ejemplo de Referencia 1-1 con los componentes que se listan en la Tabla 2, usando un polvo sustitutivo de partícula base de la misma manera que en el Ejemplo Comparativo 1-1. Aquí, en el Ejemplo Comparativo 1-2, como polvo sustitutivo de partícula base, se usó un polvo producido mediante la mezcla en seco de bicarbonato sódico y LIGHT ASH en una proporción de bicarbonato sódico / LIGHT ASH = 2/1. Las propiedades físicas de las partículas de detergente resultantes se muestran en la Tabla 2.

35 La cantidad de polvo fino de agente de modificación (zeolita) que fue necesaria para mejorar la fluidez libre aumentó dramáticamente en comparación con los Ejemplos de Referencia 1-1, 1-2, 1-4, 1-5, 1-9, 1-11 y los Ejemplos 1-3, 1-6, 1-7, 1-8 y 1-10. Además, tuvo lugar la agregación de las partículas y la formación de partículas gruesas, disminuyendo de ese modo dramáticamente el rendimiento.

La cantidad y el rendimiento del polvo fino (zeolita) añadido en esta ocasión, y el tamaño medio de partícula, la fluidez libre, la densidad aparente, y la relación de disolución de las partículas de detergente se muestran en la Tabla 2.

40 Aquí, la composición tensioactiva usada en el Ejemplo Comparativo 1-2 fue la misma que la que se usó en el Ejemplo de Referencia 1-1.

Se puede observar a partir de los resultados de la Tabla 2 que todas las partículas de detergente obtenidas en los Ejemplos de Referencia 1-1, 1-2, 1-4, 1-5, 1-9, 1-11 y en los Ejemplos 1-3, 1-6, 1-7, 1-8 y 1-10 son excelentes en fluidez libre, relación de disolución, y rendimiento, en comparación con las de los Ejemplos Comparativos 1-1 y 1-2.

Ejemplo 2

45 Las partículas base usadas en los Ejemplos de Referencia 2-1, 2-2, 2-4, 2-5 y en los Ejemplos 2-3 y 2-6 se produjeron mediante los siguientes procedimientos. Se añadió una cantidad de 460 kg de agua a un recipiente de mezcla de 1 m^3 que tiene impulsores de agitación. Después de que la temperatura del agua alcanzara 55 $^{\circ}\text{C}$, se añadieron a esto 120 kg de sulfato sódico, 140 kg de carbonato sódico y 5 kg de sulfito sódico. Después de agitar la mezcla durante 10 minutos, se añadieron a esto 170 kg de una solución al 40% en peso de poliacrilato sódico. Después de agitar la mezcla durante un período adicional de 10 minutos, se añadieron a esto 40 kg de cloruro sódico y 140 kg de zeolita, y la mezcla resultante se agitó durante 30 minutos, para obtener una suspensión homogénea. La temperatura final de esta suspensión fue de 58 $^{\circ}\text{C}$.

55 Esta suspensión se pulverizó con una presión de pulverización de 25 kg/cm^2 desde una boquilla de pulverización a presión dispuesta cerca de la parte superior de una torre de secado por pulverización. El gas a alta temperatura que alimenta la torre de secado por pulverización se suministró a una temperatura de 225 $^{\circ}\text{C}$ por el fondo de la torre y escapó a una temperatura de 105 $^{\circ}\text{C}$ por la parte superior de la torre. El contenido de agua de las partículas base

fue de un 1,6%.

Las partículas base resultantes tuvieron unas propiedades físicas tales que las partículas base tuvieron un tamaño medio de partícula de 281 μm , una densidad aparente de 506 g/l, una fluidez libre de 5,8 segundos, y una capacidad de soporte de 45 ml/100 g.

5 Las partículas base usadas en el Ejemplo de Referencia 2-7 y en el Ejemplo 2-8 se produjeron mediante los siguientes procedimientos. Se añadió una cantidad de 430 kg de agua a un recipiente de mezcla de 1 m³ que tiene impulsores de agitación. Después de que la temperatura del agua alcanzara 55 °C, se añadieron a esto 160 kg de sulfato sódico. Después de agitar la mezcla durante 5 minutos, se añadieron a esto 100 kg de silicato sódico (ingrediente eficaz: 40%) y 10 kg de carboximetil celulosa. Después de agitar la mezcla durante 5 minutos, se añadieron a esto 60 kg de tripolifosfato sódico y 130 kg de carbonato sódico. Después de agitar la mezcla durante 15 minutos, se añadieron a esto 60 kg de una solución al 40% en peso de poliacrilato sódico. La mezcla resultante se agitó durante 30 minutos, para obtener una suspensión homogénea. La temperatura final de esta suspensión fue de 60 °C.

15 Esta suspensión se pulverizó con una presión de pulverización de 40 kg/cm² desde una boquilla de pulverización a presión dispuesta cerca de la parte superior de una torre de secado por pulverización. El gas a alta temperatura que alimenta la torre de secado por pulverización se suministró a una temperatura de 235 °C por el fondo de la torre y escapó a una temperatura de 115 °C por la parte superior de la torre. El contenido de agua de las partículas base fue de un 2,0%.

20 Las partículas base resultantes tuvieron unas propiedades físicas tales que las partículas base tuvieron un tamaño medio de partícula de 203 μm , una densidad aparente de 420 g/l, una fluidez libre de 6,4 segundos, y una capacidad de soporte de 32 ml/100 g.

25 Las partículas base usadas en el Ejemplo de Referencia 2-9 se produjeron mediante los siguientes procedimientos. Se añadió una cantidad de 413 kg de agua a un recipiente de mezcla de 1 m³ que tiene impulsores de agitación. Después de que la temperatura del agua alcanzara 55 °C, se añadieron a esto 135 kg de sulfato sódico. Después de agitar la mezcla durante 5 minutos, se añadieron a esto 60 kg de silicato sódico (ingrediente eficaz: 40%) y 12 kg de carboximetil celulosa. Después de agitar la mezcla durante 5 minutos, se añadieron a esto 50 kg de tripolifosfato sódico y 150 kg de carbonato sódico. Después de agitar la mezcla durante 15 minutos, se añadieron a esto 130 kg de una solución al 40% en peso de poliacrilato sódico. Después de agitar la mezcla resultante durante un periodo adicional de 10 minutos, se añadieron a esto 50 kg de cloruro sódico, y la mezcla resultante se agitó durante 30 minutos, para obtener una suspensión homogénea. La temperatura final de esta suspensión fue de 60 °C.

35 Esta suspensión se pulverizó con una presión de pulverización de 35 kg/cm² desde una boquilla de pulverización a presión dispuesta cerca de la parte superior de una torre de secado por pulverización. El gas a alta temperatura que alimenta la torre de secado por pulverización se suministró a una temperatura de 235 °C por el fondo de la torre y escapó a una temperatura de 112 °C por la parte superior de la torre. El contenido de agua de las partículas base fue de un 1,2%.

Las partículas base resultantes tuvieron unas propiedades físicas tales que las partículas base tuvieron un tamaño medio de partícula de 240 μm , una densidad aparente de 374 g/l, una fluidez libre de 6,0 segundos, y una capacidad de soporte de 30 ml/100 g.

40 Además, los componentes de la composición tensioactiva usados en los Ejemplos de Referencia 2-1, 2-2, 2-4, 2-5, 2-7, 2-9, en los Ejemplos 2-3, 2-6, 2-8 y los Ejemplos Comparativos 2-1 a 2-2 son los que se listan en la Tabla 3.

Ejemplo de Referencia 2-1

45 Se suministraron 100 partes en peso de partículas base calentadas previamente a 50 °C y materiales de partida en polvo en las cantidades en partes en peso que se listan en la Tabla 4 a una Mezcladora Lödige (fabricada por MATSUBO CORPORATION; capacidad: 20 L, equipada con una camisa), y se inició la rotación del eje principal (velocidad de rotación del eje principal: 80 r/min, número de Froude de los impulsores de agitación: 1,07). En este punto, se dejó que fluyera agua caliente a 80 °C a través de la camisa a 10 l/minuto, sin rotación de la desmenuzadora (equipada con impulsores de desintegración). Después de agitar los componentes con la rotación del eje principal durante 1 minuto, se suministraron 64 partes en peso de una composición tensioactiva a 60 °C durante 2 minutos, y los componentes se mezclaron a continuación durante 6 minutos. Las rotaciones se detuvieron temporalmente, y se suministraron a la mezcladora 5,3 partes en peso de un silicato cristalino listado en la Tabla 4. Las rotaciones del eje principal (velocidad de rotación: 150 r/min, número de Froude de los impulsores de agitación: 3,8) y de la desmenuzadora (velocidad de rotación de la desmenuzadora: 3600 r/min, número de Froude de los impulsores de desintegración: 1010) se activaron durante 15 segundos. Después de los 15 segundos, se detuvo la rotación de la desmenuzadora, y se realizó la rotación solamente con el eje principal durante un periodo adicional de 15 segundos. La rotación se detuvo temporalmente, y se suministraron a esto 42 partes en peso de un polvo fino (zeolita). Las rotaciones del eje principal (velocidad de rotación: 150 r/min, número de Froude de los impulsores de agitación: 3,8) y de la desmenuzadora (velocidad de rotación de la desmenuzadora: 3600 r/min, número de Froude

de los impulsores de desintegración: 1010) se activaron durante 15 segundos. Después de los 15 segundos, se detuvo la rotación de la desmenuzadora, y se realizó la rotación solamente con el eje principal durante un periodo adicional de 30 segundos, y a continuación se descargaron las partículas de detergente resultantes. Las propiedades físicas de las partículas de detergente resultantes fueron las que se listan en la Tabla 4.

- 5 Por otra parte, en la Tabla 4, además del tamaño medio de partícula (partículas enteras) de las partículas de detergente, también se lista junto a estas el tamaño medio de partícula de las partículas de detergente que pasaron a través del tamiz que tiene una apertura de 1180 μm usado en el cálculo del rendimiento. Se determinaron y/o se evaluaron la fluidez libre, la densidad aparente, y la relación de disolución de las partículas de detergente, y la propiedad de difusión del componente c) usando las partículas de detergente que se dejaron pasar a través del
- 10 tamiz mencionado anteriormente para excluir las partículas agregadas o gruesas.

[Tabla 3]

	Ej.										Ej. Comp.		
	2-1*	2-2*	2-3	2-4*	2-5*	2-6	2-7*	2-8	2-9*			2-1	2-2
Composición Tensioactiva													
a) R-O-(CH ₂ CH ₂ O) ₁ SO ₃ Na (C12/14 = 72/28)	100	-	100	100	100	100	100	100	-			100	100
a) R-O-(CH ₂ CH ₂ O) ₂ SO ₃ Na	-	100	-	-	-	-	-	-	100			-	-
b) Agua	43	41	43	43	43	43	43	43	41			43	43
Viscosidad [Pa.s] de la composición tensioactiva a 60 °C	3,1	2,8	3,1	3,1	3,1	3,1	3,1	3,1	2,8			3,1	3,1

* Ejemplo de Referencia

[Tabla 4]

Composición de partículas de detergente (partes en peso)	Ej.										Ej. Comp.	
	2-1*	2-2*	2-3	2-4*	2-5*	2-6	2-7*	2-8	2-9*	2-1	2-2	
<u>Composición Tensioactiva</u>	64	63	32	32	32	32	45	26	34	64	64	
c) Polioxietilén alquili éter	-	-	22	22	22	22	-	16	-	-	-	
Poliétilenglicol	-	-	-	-	-	2	-	-	1	-	-	
Ácido graso	-	-	-	-	-	3,6	-	-	-	-	-	
Partículas base	100	100	100	100	100	100	100	100	100	-	-	
Polvo sustitutivo de partícula base	-	-	-	-	-	-	-	-	-	100	100	
<u>Material de partida en polvo</u>												
Carbonato sódico	3,2	3,2	3,2	3,2	3,2	3,2	3,2	3,2	-	3,2	3,2	
Silicato cristalino	14	14	14	14	14	14	14	14	-	14	14	
<u>Polvo fino</u>												
Silicato cristalino	5,3	5,3	5,3	5,3	5,3	5,3	5,3	5,3	-	5,3	5,3	
Zeolita	42	34	11	11	11	11	40	-	34	85	59	
Tripolifosfato sódico	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
Tamaño medio de partícula de las partículas de detergente [µm] (partículas enteras)	396	377	296	300	303	286	254	228	262	881	927	
Rendimiento [%]	93	99	99	98,6	99	99	96	99	99	64	57,8	
Grado de crecimiento de partícula [-]	1,4	1,3	1,053	1,068	1,078	1,3	1,1	1,1	1,1	-	-	
Tamaño medio de partícula de las partículas de detergente [µm] (las que tienen tamaños de paso de tamiz de 1180 µm)	319	317	295	300	302	286	253	227	261	535	327	
Fluidez libre de las partículas de detergente [s]	6,3	5,6	5,8	7,1	6,4	6,5	6	6,2	6,8	6,6	8,6	
Densidad aparente de las partículas de detergente [g/l]	747	769	769	741	751	752	740	730	489	923	853	
Relación de disolución de las partículas de detergente [%]	94	96	99	99	99	98	98	98	99	70	89	
Propiedad de difusión del componente c)	-	-	1	2	2	1	-	1	-	-	-	

* Ejemplo de Referencia

En las Tablas 3 y 4, se usaron los siguientes componentes.

Carbonato sódico: fabricado por Central Glass Co., Ltd. con el nombre comercial de DENSE ASH, tamaño medio de partícula: 290 μm , densidad aparente: 980 g/l;

Silicato cristalino: fabricado por K.K. Tokuyama Siltex con el nombre comercial de Prefeed N (polvo pulverizado hasta un tamaño con tamaño medio de partícula de 18 μm);

Zeolita: fabricada por Zeobuilder con el nombre comercial de Zeobuilder (zeolita de tipo 4A, tamaño medio de partícula 3,5 μm);

Tripolifosfato sódico: fabricado por SHIMONOSEKI MITSUI CHEMICALS, INC. con el nombre comercial de tripolifosfato sódico (polvo pulverizado hasta un tamaño con tamaño medio de partícula de 15 μm);

Polioxietilén alquil éter: fabricado por Kao Corporation con el nombre comercial de EMULGEN 108KM (número medio de moles de óxido de etileno añadidos: 8,5, número de átomos de carbono del resto alquilo: 12-14), punto de fusión: 18 °C);

Polietilenglicol: fabricado por Kao Corporation con el nombre comercial de K-PEG6000LA (peso molecular promedio: 8500, punto de fusión: 60 °C); y

Ácido graso: fabricado por Kao Corporation con el nombre comercial de LUNAC P-95.

El componente b) de la composición tensioactiva que se lista en la Tabla 3 se encontraba en 43 partes en peso, en base a 100 partes en peso del componente a), y la viscosidad de la composición tensioactiva fue de 3,1 Pa·s (60 °C).

Ejemplo de Referencia 2-2

Las partículas de detergente se obtuvieron de la misma manera que en el Ejemplo de Referencia 2-1 con los componentes que se listan en la Tabla 4. Las propiedades físicas de las partículas de detergente resultantes se muestran en la Tabla 4.

Aquí, la composición tensioactiva usada en el Ejemplo de Referencia 2-2 es un producto disponible en el mercado con el nombre comercial de EMAL270J (número medio de moles de EO = 2) (fabricado por Kao Corporation), y sus componentes y su viscosidad son las que se muestran en la Tabla 3.

Ejemplo 2-3

Se suministraron 100 partes en peso de partículas base calentadas previamente a 50 °C y materiales de partida en polvo en las cantidades en partes en peso que se listan en la Tabla 4 a una Mezcladora Lödige (fabricada por MATSUBO CORPORATION; capacidad: 20 L, equipada con una camisa), y se inició la rotación del eje principal (velocidad de rotación del eje principal: 80 r/min, número de Froude de los impulsores de agitación: 1,07). En este punto, se dejó que fluyera agua caliente a 80 °C a través de la camisa a 10 l/minuto, sin rotación de la desmenuzadora (equipada con impulsores de desintegración). Después de agitar con la rotación del eje principal durante 1 minuto, se suministraron 22 partes en peso del polioxietilén alquil éter a 60 °C durante 1 minuto, y posteriormente se suministraron 32 partes en peso de una composición tensioactiva a 60 °C durante 1 minuto, y los componentes se mezclaron a continuación durante 6 minutos. Las rotaciones se detuvieron temporalmente, y se suministraron a la mezcladora 5,3 partes en peso de un silicato cristalino listado en la Tabla 4. Las rotaciones del eje principal (velocidad de rotación: 150 r/min, número de Froude de los impulsores de agitación: 3,8) y de la desmenuzadora (velocidad de rotación de la desmenuzadora: 3600 r/min, número de Froude de los impulsores de desintegración: 1010) se activaron durante 15 segundos. Después de los 15 segundos, se detuvo la rotación de la desmenuzadora, y se realizó la rotación solamente con el eje principal durante un periodo adicional de 15 segundos. La rotación se detuvo temporalmente, y se suministraron a esto 11 partes en peso de un polvo fino (zeolita). Las rotaciones del eje principal (velocidad de rotación: 150 r/min, número de Froude de los impulsores de agitación: 3,8) y de la desmenuzadora (velocidad de rotación de la desmenuzadora: 3600 r/min, número de Froude de los impulsores de desintegración: 1010) se activaron durante 15 segundos. Después de los 15 segundos, se detuvo la rotación de la desmenuzadora, y se realizó la rotación solamente con el eje principal durante un periodo adicional de 30 segundos, y se descargaron las partículas de detergente resultantes. Las propiedades físicas de las partículas de detergente resultantes fueron las que se listan en la Tabla 4.

Aquí, en el Ejemplo 2-3, como composición tensioactiva, se usó la misma que se usó en el Ejemplo de Referencia 2-1. Los componentes y la viscosidad son como se muestran en la Tabla 3.

Ejemplo de Referencia 2-4

Se obtuvieron las partículas de detergente de la misma manera que en el Ejemplo 2-3 con los componentes que se listan en la Tabla 4, con la condición de que el polioxietilén alquil éter y la composición tensioactiva se mezclaran previamente y a continuación se añadieran durante 2 minutos. Las propiedades físicas de las partículas de detergente resultantes se muestran en la Tabla 4.

Aquí, la composición tensioactiva usada en el Ejemplo de Referencia 2-4 fue la misma que la que se usó en el Ejemplo de Referencia 2-1. Los componentes y la viscosidad son como se muestran en la Tabla 3.

Ejemplo de Referencia 2-5

Se obtuvieron las partículas de detergente de la misma manera que en el Ejemplo 2-3 con los componentes que se listan en la Tabla 4, excepto en que la composición tensioactiva se suministró durante 1 minuto, y después de esto se suministró el polioxietilen alquil éter durante 1 minuto. Las propiedades físicas de las partículas de detergente resultantes se muestran en la Tabla 4.

Aquí, la composición tensioactiva usada en el Ejemplo de Referencia 2-5 fue la misma que la que se usó en el Ejemplo de Referencia 2-1. Los componentes y la viscosidad son como se muestran en la Tabla 3.

Ejemplo 2-6

Se suministró el polioxietilen alquil éter y a continuación se suministró la composición tensioactiva de la misma manera que en el Ejemplo 2-3 con los componentes que se listan en la Tabla 4, con la condición de que se mezclaran previamente 2,0 partes en peso de polietilenglicol con el polioxietilen alquil éter, y a continuación se añadieron a la mezcla. Las propiedades físicas de las partículas de detergente resultantes se muestran en la Tabla 4. Después de mezclar los componentes durante 4 minutos, se añadieron a esto 3,6 partes en peso del ácido graso durante 1 minuto, se realizó posteriormente la mezcla durante 1 minuto, y las rotaciones se detuvieron temporalmente. Los procedimientos posteriores se realizaron de la misma manera que en el Ejemplo 2-3.

Aquí, la composición tensioactiva usada en el Ejemplo 2-6 fue la misma que la que se usó en el Ejemplo de Referencia 2-1. Los componentes y la viscosidad son como se muestran en la Tabla 3.

Se puede observar que en todos los Ejemplos 2-3, 2-6 y los Ejemplos de Referencia 2-4 y 2-5 en los que se añadió el polioxietilen alquil éter al componente c) se evitó la difusión del componente c). Entre ellos, se puede evitar además la difusión mediante la mezcla del componente c) con las partículas base antes de la mezcla con la composición tensioactiva. Además, se puede observar que se causan efectos similares mediante la mezcla de polietilenglicol con el componente c).

Ejemplo de Referencia 2-7

Las partículas de detergente se obtuvieron de la misma manera que en el Ejemplo de Referencia 2-1 con los componentes que se listan en la Tabla 4. Las propiedades físicas de las partículas de detergente resultantes se muestran en la Tabla 4.

Ejemplo 2-8

Se obtuvieron las partículas de detergente de la misma manera que en el Ejemplo 2-3 con los componentes que se listan en la Tabla 4. Aquí, como polvo fino, se usó tripolfosfato sódico. Las propiedades físicas de las partículas de detergente resultantes se muestran en la Tabla 4.

Ejemplo de Referencia 2-9

Se suministró el material de partida en polvo compuesto de 100 partes en peso de las partículas base calentadas previamente a 50 °C a una Mezcladora Lödige (fabricada por MATSUBO CORPORATION; capacidad: 20 L, equipada con una camisa), y se inició la rotación del eje principal (velocidad de rotación del eje principal: 80 r/min, número de Froude de los impulsores de agitación: 1,07). Por otra parte, se dejó que fluyera agua caliente a 80 °C a través de la camisa a 10 l/minuto, sin rotación de la desmenuzadora (equipada con impulsores de desintegración). Después de agitar los componentes con la rotación del eje principal durante 1 minuto, se suministró 1,0 parte en peso del polietilenglicol a 60 °C durante 1 minuto, y posteriormente se suministraron 34 partes en peso de una composición tensioactiva a 60 °C durante 2 minutos, y los componentes se mezclaron a continuación durante 6 minutos. Las rotaciones se detuvieron temporalmente, y se suministraron a esto 34 partes en peso de un polvo fino (zeolita). Las rotaciones del eje principal (velocidad de rotación: 150 r/min, número de Froude de los impulsores de agitación: 3,8) y de la desmenuzadora (velocidad de rotación de la desmenuzadora: 3600 r/min, número de Froude de los impulsores de desintegración: 1010) se activaron durante 15 segundos. Después de los 15 segundos, se detuvo la rotación de la desmenuzadora, y se realizó la rotación solamente con el eje principal durante un periodo adicional de 30 segundos, y se descargaron las partículas de detergente resultantes. Las propiedades físicas de las partículas de detergente resultantes fueron las que se listan en la Tabla 4.

Por otra parte, en la Tabla 4, además del tamaño medio de partícula (partículas enteras) de las partículas de detergente, también se lista junto a estas el tamaño medio de partícula de las partículas de detergente que pasaron a través del tamiz que tiene una apertura de 1180 µm usado en el cálculo del rendimiento. Se determinaron y/o se evaluaron la fluidez libre, la densidad aparente, y la relación de disolución de las partículas de detergente, y la propiedad de difusión del componente c) usando las partículas de detergente que se dejaron pasar a través del tamiz mencionado anteriormente para excluir las partículas agregadas o gruesas.

Ejemplo Comparativo 2-1

Las partículas de detergente se obtuvieron de la misma manera que en el Ejemplo de Referencia 2-1 con los

componentes que se listan en la Tabla 4, usando un polvo sustitutivo de partícula base en lugar de las partículas base. Aquí, en el Ejemplo Comparativo de Referencia 2-1, como polvo sustitutivo de partícula base, se usó un polvo producido mediante la mezcla en seco de los componentes de modo que tuviera la relación del material de partida en polvo mezclado en las partículas base en una determinada relación composicional. Las propiedades físicas de las partículas de detergente resultantes se muestran en la Tabla 4. Se obtuvieron partículas de detergente que tienen una excelente fluidez libre de la misma manera que en los Ejemplos de Referencia 2-1, 2-2, 2-4, 2-5, 2-7, 2-9, y en los Ejemplos 2-3, 2-6 y 2-8; sin embargo, la cantidad de polvo fino de agente de modificación (zeolita) que fue necesaria para obtener un detergente que tiene una excelente fluidez libre aumentó dramáticamente en comparación con las de los Ejemplos de Referencia 2-1, 2-2, 2-4, 2-5, 2-7, 2-9, y los Ejemplos 2-3, 2-6 y 2-8. Además, tuvo lugar la agregación de las partículas y la formación de partículas gruesas, disminuyendo de ese modo dramáticamente el rendimiento. Además, la relación de disolución disminuyó.

La cantidad y el rendimiento del polvo fino (zeolita) añadido en esta ocasión, y el tamaño medio de partícula, la fluidez libre, la densidad aparente, y la relación de disolución de las partículas de detergente se muestran en la Tabla 4.

Aquí, la composición tensioactiva usada en el Ejemplo Comparativo 2-1 fue la misma que la que se usó en el Ejemplo de Referencia 2-1. Los componentes y el contenido de agua y la viscosidad son las que se muestran en la Tabla 3.

Ejemplo Comparativo 2-2

Las partículas de detergente se obtuvieron de la misma manera que en el Ejemplo de Referencia 2-1 con los componentes que se listan en la Tabla 4, usando un polvo sustitutivo de partícula base de la misma manera que en el Ejemplo Comparativo 2-1. Aquí, en el Ejemplo Comparativo 2-2, como polvo sustitutivo de partícula base, se usó un polvo producido mediante la mezcla en seco de bicarbonato sódico y LIGHT ASH en una proporción de bicarbonato sódico / LIGHT ASH = 2/1. Las propiedades físicas de las partículas de detergente resultantes se muestran en la Tabla 4. La cantidad de polvo fino de agente de modificación (zeolita) que fue necesaria para mejorar la fluidez libre aumentó dramáticamente en comparación con la de los Ejemplos de Referencia 2-1, 2-2, 2-4, 2-5, 2-7, 2-9, y los Ejemplos 2-3, 2-6 y 2-8. Además, tuvo lugar la agregación de las partículas y la formación de partículas gruesas, disminuyendo de ese modo dramáticamente el rendimiento. La cantidad y el rendimiento del polvo fino añadido en esta ocasión, y el tamaño medio de partícula, la fluidez libre, la densidad aparente, y la relación de disolución de las partículas de detergente se muestran en la Tabla 4.

Aquí, la composición tensioactiva usada en el Ejemplo Comparativo 2-2 fue la misma que la que se usó en el Ejemplo de Referencia 2-1.

Se puede observar a partir de los resultados de la Tabla 2 que todas las partículas de detergente obtenidas en los Ejemplos de Referencia 2-1, 2-2, 2-4, 2-5, 2-7, 2-9, y en los Ejemplos 2-3, 2-6 y 2-8 son excelentes en fluidez libre, relación de disolución, y rendimiento, en comparación con las de los Ejemplos Comparativos 2-1 y 2-2.

Ejemplo 3

Las partículas base usadas en los Ejemplos 3-1 y 3-2 se produjeron mediante los siguientes procedimientos. Se añadió una cantidad de 495 kg de agua a un recipiente de mezcla de 1 m³ que tiene impulsores de agitación. Después de que la temperatura del agua alcanzara 55 °C, se añadieron a esto 218 kg de sulfato sódico. Después de agitar la mezcla durante 10 minutos, se añadieron a esto 168 kg de una solución al 40% en peso de poliacrilato sódico. Después de agitar la mezcla durante un período adicional de 10 minutos, se añadieron a esto 45 kg de cloruro sódico y 220 kg de zeolita, y la mezcla resultante se agitó durante 30 minutos, para obtener una suspensión homogénea. La temperatura final de esta suspensión fue de 58 °C.

Esta suspensión se pulverizó con una presión de pulverización de 25 kg/cm² desde una boquilla de pulverización a presión dispuesta cerca de la parte superior de una torre de secado por pulverización. El gas a alta temperatura que alimenta la torre de secado por pulverización se suministró a una temperatura de 225 °C por el fondo de la torre y escapó a una temperatura de 105 °C por la parte superior de la torre. El contenido de agua de las partículas base fue de un 2,5%.

Las partículas base resultantes tuvieron unas propiedades físicas tales que las partículas base tuvieron un tamaño medio de partícula de 192 µm, una densidad aparente de 536 g/l, una fluidez libre de 5,2 segundos, y una capacidad de soporte de 45 ml/100 g.

Además, los componentes de la composición tensioactiva usados en los Ejemplos 3-1 a 3-2 son los que se listan en la Tabla 5.

Ejemplo 3-1

Se suministró el material de partida en polvo compuesto de 100 partes en peso de las partículas base calentadas previamente a 50 °C a una Mezcladora Lödige (fabricada por MATSUBO CORPORATION; capacidad: 20 l, equipada

con una camisa), y se inició la rotación del eje principal (velocidad de rotación del eje principal: 80 r/min, número de Froude de los impulsores de agitación: 1,07). Por otra parte, se dejó que fluyera agua caliente a 80 °C a través de la camisa a 10 l/minuto, sin rotación de la desmenuzadora (equipada con impulsores de desintegración). Después de agitar los componentes con la rotación del eje principal durante 1 minuto, se suministraron 22 partes en peso del polioxietilen alquil éter a 60 °C durante 1 minuto, y posteriormente se suministraron 31 partes en peso de una composición tensioactiva a 60 °C durante 1 minuto, y los componentes se mezclaron a continuación durante 6 minutos. Las rotaciones se detuvieron temporalmente, y se suministraron a la mezcladora 20 partes en peso de un polvo fino (zeolita). Las rotaciones del eje principal (velocidad de rotación: 150 r/min, número de Froude de los impulsores de agitación: 3,8) y de la desmenuzadora (velocidad de rotación de la desmenuzadora: 3600 r/min, número de Froude de los impulsores de desintegración: 1010) se activaron durante 15 segundos. Después de los 15 segundos, se detuvo la rotación de la desmenuzadora, y se realizó la rotación solamente con el eje principal durante un periodo adicional de 30 segundos, y se descargaron las partículas de detergente resultantes. Las propiedades físicas de las partículas de detergente resultantes fueron las que se listan en la Tabla 6.

Por otra parte, en la Tabla 6, además del tamaño medio de partícula (partículas enteras) de las partículas de detergente, también se lista junto a estas el tamaño medio de partícula de las partículas de detergente que pasaron a través del tamiz que tiene una apertura de 1180 µm usado en el cálculo del rendimiento. Se determinaron y/o se evaluaron la fluidez libre, la densidad aparente, y la relación de disolución de las partículas de detergente, y la propiedad de difusión del componente c) usando las partículas de detergente que se dejaron pasar a través del tamiz mencionado anteriormente para excluir las partículas agregadas o gruesas.

[Tabla 5]

Composición tensioactiva (partes en peso)		Ej.	
		3-1	3-2**
a)	R-CH-COOCH₃ SO₃Na (R: C14/16 = 65:35)	100	100
b)	Agua	41	41
Viscosidad [Pa.s] de la composición tensioactiva a 60 °C		5	5

** Ejemplo de Referencia

[Tabla 6]

Componentes de las partículas de detergente		Ej.	
		3-1	3-2**
<u>Composición tensioactiva</u>		31	34
c) Polioxietilen alquil éter		22	
Polietilenglicol			
Ácido graso			
Partículas base		100	100
Sustitutivo de partículas base			
<u>Material de partida en polvo</u>			
	Carbonato sódico		
	Silicato cristalino		
<u>Polvo fino</u>			
	Silicato cristalino		
	Zeolita	20	34
	Tripolifosfato sódico		

(continuación)

Componentes de las partículas de detergente	Ej.	
	3-1	3-2**
Tamaño medio de partícula de las partículas de detergente [μm] (partículas enteras)	225	211
Rendimiento [%]	98	99
Grados de crecimiento de partícula [-]	1,17	1,05
Tamaño medio de partícula de las partículas de detergente [μm] *	223	210
Fluidez libre de las partículas de detergente [s]	6,2	6,1
Densidad aparente de las partículas de detergente [g/l]	694	651
Relación de disolución de las partículas de detergente [%]	95	97
Propiedad de difusión del componente c)	2	-
* (las que tienen tamaños que pasaron por el tamiz de 1180 μm)		
** Referencia		

En las Tablas 5 y 6, se usaron los siguientes componentes. Zeolita: fabricada por Zeobuilder con el nombre comercial de Zeobuilder (zeolita de tipo 4A, tamaño medio de partícula 3,5 μm); y Polioxietilén alquil éter: fabricado por Kao Corporation con el nombre comercial de 108KM (número medio de moles de óxido de etileno: 8,5, número de átomos de carbono en el resto alquilo: 12-14), punto de fusión: 18 °C).

Ejemplo 3-2

Se suministró el material de partida en polvo compuesto de 100 partes en peso de las partículas base calentadas previamente a 50 °C a una Mezcladora Lödige (fabricada por MATSUBO CORPORATION; capacidad: 20 l, equipada con una camisa), y se inició la rotación del eje principal (velocidad de rotación del eje principal: 80 r/min, número de Froude de los impulsores de agitación: 1,07). Por otra parte, se dejó que fluyera agua caliente a 80 °C a través de la camisa a 10 l/minuto, sin rotación de la desmenuzadora (equipada con impulsores de desintegración). Después de agitar los componentes con la rotación del eje principal durante 1 minuto, se suministraron 34 partes en peso de una composición tensioactiva a 60 °C durante 1 minuto, y los componentes se mezclaron a continuación durante 6 minutos. Las rotaciones se detuvieron temporalmente, y se suministraron a la mezcladora 34 partes en peso de un polvo fino (zeolita). Las rotaciones del eje principal (velocidad de rotación: 150 r/min, número de Froude de los impulsores de agitación: 3,8) y de la desmenuzadora (velocidad de rotación de la desmenuzadora: 3600 r/min, número de Froude de los impulsores de desintegración: 1010) se activaron durante 15 segundos. Después de los 15 segundos, se detuvo la rotación de la desmenuzadora, y se realizó la rotación solamente con el eje principal durante un periodo adicional de 30 segundos, y se descargaron las partículas de detergente resultantes. Las propiedades físicas de las partículas de detergente resultantes fueron las que se listan en la Tabla 6.

Aquí, la composición tensioactiva usada en el Ejemplo 3-2 fue la misma que la que se usó en el Ejemplo 3-2. Los componentes y el contenido de agua y la viscosidad son las que se muestran en la Tabla 5.

Aplicabilidad industrial

Las partículas de detergente del núcleo único de la presente invención se pueden usar adecuadamente, por ejemplo, para la producción de un detergente de lavado de ropa, un detergente de lavado de platos, o similares.

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento de producción de partículas de detergente de núcleo único que tienen un tamaño medio de partícula de 150 μm o superior y un grado de crecimiento de partícula de 1,5 o inferior que comprende las etapas de:

etapa A) preparar una composición tensioactiva que comprende:

5 a) un tensioactivo aniónico representado por cualquiera de las siguientes fórmulas (1) a (3):



en la que R es un grupo alquilo o un grupo alquenilo que tiene de 10 a 18 átomos de carbono; y M es un átomo de metal alcalino o una amina,



10 en la que R es un grupo alquilo o un grupo alquenilo que tiene de 10 a 18 átomos de carbono; n es un número medio de moles añadidos de 0,1 a 3,0; y M es un átomo de metal alcalino, o un amonio o una amina orgánica y



15 en la que R es un grupo alquilo o un grupo alquenilo que tiene de 4 a 22 átomos de carbono; M es un átomo de metal alcalino, un átomo de metal alcalinotérreo, una alcanolamina o un amonio; y A es un grupo alquilo que tiene de 1 a 4 átomos de carbono, H, o M, y b) agua en una cantidad de 25 a 65 partes en peso en base a 100 partes en peso de dicho componente a);

20 etapa B): mezclar la composición tensioactiva obtenida en etapa A) y partículas base que tienen una capacidad de soporte de 20 ml/100 g o superior y que comprenden una sal inorgánica soluble en agua producida mediante secado por pulverización, mientras se mantiene básicamente la forma de las partículas base; y

etapa C): modificar la superficie de la mezcla obtenida en etapa B) con un polvo fino

en el que las partículas de detergente comprenden adicionalmente c) un tensioactivo no iónico que tiene un punto de fusión de 30 °C o inferior en un intervalo de un 1 a un 20% en peso de las partículas de detergente,

25 mezclándose el componente c) con las partículas base antes que con la composición tensioactiva preparada en etapa A).

2. El procedimiento de producción de partículas de detergente de núcleo único de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el componente a) está contenido en una cantidad de un 5 a un 30% en peso de las partículas de detergente.

30 3. El procedimiento de producción de partículas de detergente de núcleo único de acuerdo con la reivindicación o 2 en el que la cantidad de c) el tensioactivo no iónico que tiene un punto de fusión de 30 °C o inferior en las partículas de detergente está en el intervalo de un 5 a un 15% en peso de las partículas de detergente.

4. El procedimiento de producción de partículas de detergente de núcleo único de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que la sal inorgánica soluble en agua es al menos una seleccionada entre el grupo que consiste en carbonato sódico, carbonato potásico, y sulfato sódico.

35 5. El procedimiento de producción de partículas de detergente de núcleo único de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que la densidad aparente de las partículas base es de 200 a 1000 g/l.

6. El procedimiento de producción de partículas de detergente de núcleo único de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que el polvo fino es un aluminosilicato.

40 7. El procedimiento de producción de partículas de detergente de núcleo único de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en el que la cantidad de polvo fino es de 0,5 a 40 partes en peso, en base a 100 partes en peso de la mezcla obtenida en etapa B).