

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 555 406**

51 Int. Cl.:

C11D 17/00 (2006.01)

B65D 75/00 (2006.01)

C11D 17/06 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **06.05.2011 E 11717290 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **14.10.2015 EP 2627755**

54 Título: **Composición detergente concentrada en partículas empaquetada**

30 Prioridad:

14.10.2010 EP 10187506

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

30.12.2015

73 Titular/es:

**UNILEVER N.V. (100.0%)
Weena 455
3013 AL Rotterdam, NL**

72 Inventor/es:

**BONSALL, JUDITH MARIA y
KENINGLEY, STEPHEN THOMAS**

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 555 406 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

Composición detergente concentrada en partículas empaquetada

Campo técnico

5 Esta invención se refiere a una composición detergente concentrada, en partículas y empaquetada, destinada al uso a niveles bajos de dosificación, por ejemplo menos de 40 g de dosis por lavado. En particular, se refiere a composiciones detergentes formadas por extrusión y revestimiento.

Antecedentes

10 En teoría, podrían diseñarse composiciones detergentes en partículas con perfiles medioambientales mejorados eliminando todos los componentes de la composición que proporcionan acción de lavado limitada o nula. Dichos productos compactos también podrían reducir los requerimientos de paquete. Sin embargo, lograr dichos objetivos es difícil en la práctica debido a que la fabricación de las composiciones detergentes en partículas normalmente requiere el uso de componentes que no contribuyen significativamente a la detergencia, pero que, sin embargo, están incluidos para estructurar ingredientes líquidos dentro de sólidos, para ayudar al procesamiento y para mejorar la manipulación y estabilidad de las composiciones detergentes en partículas.

15 En nuestras solicitudes en trámite, WO2010/122050 y WO2010/122051 proponemos resolver estos problemas mediante la fabricación de una nueva composición detergente en partículas. En general, la fabricación se hace usando un procedimiento que comprende las etapas de secar una mezcla de tensioactivo, extruirla y cortar los extruidos para formar partículas de núcleo duro con un diámetro mayor que 2 mm y un grosor mayor que 0,2 mm. Estas partículas con núcleo grandes preferentemente se revisten luego, especialmente con un revestimiento inorgánico.

20 Las composiciones que comprenden al menos 70 % en peso de estas partículas revestidas grandes con núcleos tensioactivos extruidos difieren de las composiciones detergentes extruidas de la técnica anterior en que tienen poco o ningún material estructurante sólido para endurecer o estructurar el núcleo tensioactivo. Por el contrario, usan mezclas de tensioactivos de humectación baja para proporcionar dureza. La elección de tensioactivo permite a las partículas proporcionar buena detergencia aún sin ningún reforzador de la detergencia convencional, eliminando así la necesidad de dichos reforzadores en las partículas. Aunque las partículas extruidas son bastante duras para cortarlas hasta la forma requerida sin deformación, son higroscópicas y se pueden pegar entre sí en caso de que no se revistan. Por ello, es ventajoso revestir las partículas con núcleo pulverizando sobre ellas material inorgánico, tal como carbonato de sodio, en un lecho fluido. La combinación del revestimiento y el tamaño de partícula grande (5 mm de diámetro) elimina sustancialmente cualquier tendencia a la deformación o formación de torta y permite la producción de una composición nueva que fluye libremente de partículas detergentes más grandes que lo usual, con suavidad excelente y aspecto uniforme. Sorprendentemente, a pesar de su volumen grande y densidad alta, las partículas se disuelven rápidamente con pocos residuos y forman licores de lavado claros con detergencia primaria excelente.

35 En estas solicitudes no se hace ninguna descripción de paquete ni de dosificación.

40 Un problema conocido con composiciones compactas o concentradas es que los consumidores tienden a usar más de la composición que lo que se recomienda, probablemente debido a su familiaridad con la variante previa menos concentrada. Se han hecho varias propuestas para resolver esto, pero ahora se ha encontrado que el problema que el flujo inseguro de las partículas desde su contenedor es una cuestión importante para la aceptación de la dosificación de composiciones detergentes altamente concentradas en partículas.

Un objeto de la presente invención es proporcionar una composición detergente concentrada, en partículas y empaquetada, en la cual el flujo de la composición desde el paquete es más seguro.

Sumario de la invención

45 De acuerdo a la presente invención, se proporciona una composición detergente, en partículas y empaquetada, en la que la composición comprende más del 40 % en peso de tensioactivo detergente, al menos 70 % en número de partículas comprenden un núcleo, que comprende principalmente tensioactivo y, alrededor del núcleo, un revestimiento soluble en agua en una cantidad de 10 a 45 % en peso basado en la partícula revestida, cada partícula revestida tiene dimensiones perpendiculares x, y, z, en las que x mide de 0,2 a 2 mm, y mide de 2,5 a 8 mm y z mide de 2,5 a 8 mm, siendo las partículas empaquetadas sustancialmente de la misma forma y del mismo tamaño una de la otra y las partículas revestidas son esferoides achatados.

55 Preferentemente el revestimiento comprende al menos 10 % en peso de una sal soluble en agua. Más preferentemente, la sal soluble en agua comprende una sal inorgánica. Lo más preferentemente, comprende carbonato de sodio. El revestimiento puede comprender, además, una cantidad menor de carboximetilcelulosa sódica (SCMC), silicato de sodio, agente de fluorescencia soluble en agua, colorante de matizado soluble o dispersable en agua, pigmento, tinte coloreado y sus mezclas.

La cantidad de revestimiento sobre cada partícula revestida es, preferentemente, 20 a 35 % en peso de la partícula.

El porcentaje en número de la composición empaquetada de partículas que comprenden el núcleo y el revestimiento es, preferentemente, al menos 85 %.

Las partículas revestidas preferentemente comprenden de 0,001 a 3 % en peso de perfume.

- 5 El núcleo de las partículas revestidas, preferentemente comprende menos de 5 % en peso, aún más preferentemente menos de 2,5 % en peso de materiales inorgánicos.

Las partículas son deseablemente esferoides achatados con diámetro (y, z) de 3 a 6 mm y grosor (x) de 1 a 2 mm.

- 10 Al menos y, preferentemente, una mayor proporción en número de las partículas puede tener un color distinto del blanco, y esto hace más fácil verlas fluir y determinar que se haya alcanzado el nivel requerido. Se ha encontrado que partículas multicoloreadas, por ejemplo, algunas azules y algunas blancas, proporcionan definición visual aún más alta para el control óptimo de la dosis. El color se puede impartir mediante colorante, pigmento o sus mezclas.

- 15 El paquete puede ser de cualquier tipo empleado convencionalmente. Puede ser transparente. Preferentemente es resellable. Lo más preferentemente, se proporciona con un orificio de salida que es de área significativamente menor que la parte más ancha del paquete. Preferentemente, menos del 25 % del área de la sección transversal máxima paralela a la horizontal. El contenedor puede estar formado de poliolefinas, incluyendo, entre otras, polipropileno (PP), polietileno (PE), policarbonato (PC), poliamidas (PA) y/o polietilentereftalato (PETE), poli(cloruro de vinilo) (PVC); y poliestireno (PS). El contenedor se puede formar por extrusión, moldeo, por ejemplo, moldeo por soplado a partir de una preforma o por termoformación o por moldeo por inyección. El contenedor o paquete se puede proporcionar con una manilla y/o un dispositivo o cuchara para medir la dosis. El dispositivo de medida puede ser una tapa. Lo más preferentemente, es una tapón roscado como la que se suministra para protección más segura contra el ingreso de cantidades grandes de agua debidas a que la tapa se vuelve a colocar incorrectamente durante el uso. El paquete puede ser de cualquier tamaño conveniente.

- 25 Para una composición detergente concentrada, este flujo seguro y más lento se hace muy importante para evitar sobredosis. Estudios han demostrado que los consumidores tienden a sobredosificar las composiciones concentradas y esto es malo para su bolsillo y malo para el medio ambiente. Frecuentemente se proporcionan medidas de dosificación y se ignoran. Se desea una vía para cortar el vaciamiento de la composición en partículas sin causar flujo bloqueado. El flujo bloqueado lleva a la eventual dosificación de una entrega incontrolada de la composición concentrada en partículas con más del 40 % de tensioactivo detergente, lo que fácilmente lleva a una sobredosis. Este es particularmente el caso si el polvo se dosifica desde el contenedor como es el hábito de muchos consumidores a pesar de la provisión de dispositivos de medida convenientes. Incluso si se usa un dispositivo de medida, por ejemplo una tapa que mide la dosis requerida, el llenado excesivo puede llevar a derrame lo que es desordenado y antieconómico.

- 35 Sorprendentemente, se ha encontrado que composiciones detergentes concentradas, en partículas y revestidas, con partículas grandes, no esféricas, de forma y tamaño similares proporcionan un flujo lento, estable y predecible. El comportamiento de dosificación observado durante pruebas sugiere que los consumidores encontrarán que este es un formato en partículas muy fácil de dosificar hasta el nivel bajo señalado, por ejemplo de menos de 40 g, incluso aún menos de 30 g por lavado. Se ha determinado que este comportamiento de flujo beneficioso se debe a la manera en que las partículas se mantienen fluyendo aún después de ser apisonadas en la parte de abajo del paquete y también porque el flujo es más lento y más predecible, lo que prolonga el tiempo de dosificación para una masa unitaria de producto y así refuerza el mensaje de concentración al mismo tiempo que reduce la probabilidad de sobredosis.

- 45 Este comportamiento del flujo hace posible que las partículas no esféricas, grandes se paqueten en un intervalo más amplio de empaquetado que el empleado convencionalmente para polvos. Por supuesto que se han probado, con éxito, paquetes transparentes con salidas de vaciado relativamente estrechas para detergentes líquidos. Las partículas también pueden vaciarse con cuchara fácilmente desde un paquete debido a que las propiedades de flujo no se ven afectadas por la sedimentación durante el transporte o las condiciones de almacenaje. Es deseable que el contenedor sea resellable para evitar que las propiedades de flujo se vean afectadas por el ingreso de grandes cantidades de humedad, lo que podría llevar a pegajosidad. Sin embargo, el formato grande de las partículas reduce el impacto de pegajosidad pues el número de puntos de formación de puente potenciales se reduce y la fuerza ejercida por cada partícula cuando intenta moverse es mucho mayor que en un polvo convencional debido a que la masa de cada partícula es alrededor de 25 veces mayor. Por ello, aún en condiciones de ligero humedecimiento como se pueden experimentar en un recinto de lavado, las partículas revestidas permanecen con flujo lento más seguro.

Descripción detallada de la invención

- 55 Las partículas se forman a partir de un núcleo que comprende tensioactivo y un revestimiento de la envoltura. El aspecto de las partículas revestidas en un paquete es muy agradable especialmente cuando la partícula con núcleo se forma por extrusión.

Fabricación de las partículas

Un procedimiento de fabricación preferido se encuentra en PCT/EP2010/055256. Comprende mezclar los tensioactivos juntos y luego secarlos hasta un contenido de humedad bajo de menos del 1 %. Se pueden usar dispositivos de película raspada. Una forma preferida de dispositivo de película raspada es un evaporador de película frotada. Dicho evaporador de película frotada es el "sistema Dryex" a base de un evaporador de película frotada disponible en Ballestra S.p.A. Alternativamente, el equipo de secado incluye secadores tipo tubo, tales como un secador Chemithon Turbo Tube®, y secadores de jabón. El material caliente que sale del secador de películas frotadas se enfría a continuación y se rompe en piezas de tamaño adecuado para alimentar el extrusor. Se puede realizar convenientemente enfriamiento y fractura simultáneos usando un rodillo frío. Si las escamas procedentes del rodillo frío no son adecuadas para la alimentación directa al extrusor, entonces se pueden moler en un aparato de molienda y/o se pueden mezclar con otros ingredientes, líquidos o sólidos, en un aparato de mezclado y molienda, tal como un molino de cinta. Dicho material molido o mezclado deseablemente tiene un tamaño de partícula de 1 mm o menos para alimentarlo al extrusor.

Es particularmente ventajoso añadir un coadyuvante de molienda en este punto del proceso. Se prefiere material en partículas con un tamaño de partícula promedio de 10 nm a 10 µm para usarlo como coadyuvante de molienda. Entre dichos materiales, se pueden mencionar, a modo de ejemplo: aerosil®, alusil®, y microsíl®.

Extrusión y corte

La mezcla de tensioactivo secada se extruye. El extrusor proporciona más oportunidades para mezclar ingredientes distintos a los tensioactivos o incluso añadir más tensioactivos. Sin embargo, se prefiere generalmente que todo el tensioactivo aniónico u otro tensioactivo suministrado en mezcla con agua, es decir, como pasta o como solución, se añada dentro de la secadora para asegurar que el contenido de agua se pueda reducir entonces y el material alimentado al extrusor y a través de él esté suficientemente seco. Los materiales adicionales que se pueden mezclar dentro del extrusor son, por ello, los que se usan en niveles muy bajos en una composición detergente, tales como agente de fluorescencia, colorante de matizado, enzimas, perfume, antiespumantes de silicona, aditivos poliméricos y conservantes. Se ha encontrado que el límite de tales materiales mezclados en el extrusor es aproximadamente 10 % en peso, pero se prefiere mantenerlo a un máximo de 5 % en peso. Generalmente se prefieren aditivos sólidos. Se pueden añadir líquidos tales como perfume a niveles de hasta 2,5 % en peso, preferentemente hasta 1,5 % en peso. Preferentemente no se añaden a la mezcla que se va a extruir materiales estructurantes en partículas, sólidos (que absorben líquidos) o reforzadores, tales como zeolita, carbonato, silicato. Estos materiales no se necesitan debido a las propiedades de autoestructuración del material de alimentación a base de LAS muy seco. Si se usa alguno, la cantidad total debe ser inferior a 5 % en peso, preferentemente inferior a 4 % en peso, lo más preferentemente inferior a 3 % en peso. A tales niveles, no ocurre ninguna estructuración significativa y el material inorgánico en partículas se añade para un propósito diferente, por ejemplo como coadyuvante de flujo para mejorar la alimentación de partículas al extrusor.

Al material que sale del extrusor se le da forma con una placa matriz. El material extruido tiene una tendencia a hincharse en el centro relativo a la periferia. Nosotros se ha encontrado que si un extruido cilíndrico se corta en rodajas regularmente cuando sale del extrusor, las formas resultantes son cilindros cortos con dos extremos convexos. Estas partículas se describen aquí como esferoides achatados o lentejas. Esta forma es agradable a la vista.

Revestimiento

Las partículas extruidas y cortadas en rodajas se revisten después. El revestimiento permite que las partículas sean coloreadas fácilmente. El revestimiento hace a las partículas más adecuadas para usarse en composiciones detergentes que se pueden exponer a humedad alta durante periodos largos.

Las partículas extruidas se pueden considerar como esferoides achatados con un radio mayor "a" y un radio menor "b". De aquí, se puede calcular la razón de área superficial (S) a volumen (V) como:

$$\frac{S}{V} = \frac{3}{2b} + \frac{3b}{4a^2} \ln \left(\frac{1+\epsilon}{1-\epsilon} \right)_{\text{mm}^{-1}}$$

donde ϵ es la excentricidad de la partícula.

Aunque una persona experta puede suponer que se puede usar cualquier revestimiento conocido, por ejemplo, orgánico, incluyendo polímero, se ha encontrado que es particularmente ventajoso usar un revestimiento inorgánico depositado por cristalización de una solución acuosa pues esto parece dar beneficios de disolución positivos y el revestimiento da un buen color a la partícula aún a niveles de revestimiento bajos. Una pulverización acuosa de una solución de revestimiento en un lecho fluidizado también puede generar un acabado más ligero de las partículas detergentes durante el proceso de fluidización.

5 Soluciones de revestimiento inorgánicas adecuadas incluyen carbonato de sodio, posiblemente mezclado con sulfato de sodio y cloruro de sodio. Se pueden añadir al revestimiento colorantes de alimentos, colorantes de matizado, agente de fluorescencia y otros modificadores ópticos disolviéndolos en la solución o dispersión de rociado. Es particularmente ventajoso el uso de una sal reforzadora tal como carbonato de sodio porque permite que la partícula detergente tenga un comportamiento aún mejor tamponando el sistema en uso a un pH ideal para detergencia máxima del sistema tensioactivo aniónico. También aumenta la fuerza iónica para mejorar el lavado en agua dura y es compatible con otros ingredientes detergentes que se pueden mezclar con las partículas detergentes extruidas revestidas. Si se usa un lecho fluido para aplicar la solución de revestimiento, el trabajador experto sabrá cómo ajustar las condiciones de rociado en términos de Número de Stokes y posiblemente número de Akkermans (FNm), de tal manera que las partículas se revistan y no se aglomeren significativamente. Enseñanza adecuada para ayudar respecto a esto se puede encontrar en EP1187903, EP993505 y Powder technology 65 (1991) 257-272 (Ennis).

15 Se podrá apreciar por los expertos en la materia que se podrían aplicar múltiples revestimientos en capas de materiales de revestimiento iguales o diferentes, pero se prefiere una sola capa de revestimiento por la simplicidad de la operación y para obtener el máximo de grosor del revestimiento. La cantidad de revestimiento se encuentra en el intervalo de 10 a 45 % en peso de la partícula, preferentemente de 20 a 40 % en peso para los mejores resultados en términos de propiedades anti-formación de torta de las partículas detergentes.

La composición detergente en partículas extruida

20 Las partículas revestidas se disuelven fácilmente en agua y dejan muy pocos residuos o ninguno en la disolución, debido a la ausencia de materiales estructurantes insolubles, tales como zeolita. Las partículas revestidas tienen un aspecto visual excepcional, debido a la suavidad del revestimiento acoplada con la suavidad de las partículas subyacentes, lo que también se cree que es un resultado de la falta de material estructurante en partículas en las partículas extruidas.

25 Son posibles composiciones con hasta 100 % en peso de las partículas cuando se incorporan aditivos básicos a las partículas extruidas o a su revestimiento. La composición puede comprender, por ejemplo, un gránulo antiespuma.

Forma y tamaño

30 La partícula detergente revestida preferentemente está curvada. La partícula detergente revestida es, lo más preferentemente, lenticular (de forma igual a una lenteja seca completa), un elipsoide achatado, donde z e y son los diámetros ecuatoriales y x es el diámetro polar; preferentemente $y = z$. El tamaño es tal que y y z miden al menos 3 mm, preferentemente al menos 4 mm, lo más preferentemente al menos 5 mm y x se encuentra en el intervalo de 0,2 a 2 mm, preferentemente 1 a 2 mm.

A la partícula detergente para el lavado se le puede dar la forma de un disco.

35 Un experto en la materia apreciará que el esferoide achatado se forma por un extruido circular maleable que se corta a medida que va saliendo de un conducto. La sección interna del extruido se mueve a una velocidad mayor que el borde del extruido cuando se corta formando el esferoide achatado. El proceso de revestimiento también sirve para redondear más los bordes del esferoide achatado. Un experto en la materia de la fabricación de detergentes apreciará que habrá alguna desviación en la exactitud de los esferoides achatados. Esto se confirmará por referencia a la sección experimental. La misma interpretación se puede aplicar a la descripción de la partícula como un disco. Este disco tendrá superficies redondeadas en virtud de la extrusión y el revestimiento.

Composición del núcleo

40 El núcleo es principalmente tensioactivo. También puede incluir aditivos de detergencia, tales como perfume, colorante de matizado, enzimas, polímeros para el lavado y polímeros para eliminar la suciedad.

Tensioactivo

45 La partícula detergente revestida para el lavado comprende entre 40 y 90 % en peso de un tensioactivo, lo más preferentemente 50 a 80 % en peso. En general, los tensioactivos no iónicos y aniónicos del sistema tensioactivo se pueden elegir entre los tensioactivos descritos en "Surface Active Agents" Vol. 1, de Schwartz & Perry, Interscience 1949, Vol. 2 de Schwartz, Perry & Berch, Interscience 1958, en la edición corriente de "McCutcheon's Emulsifiers and Detergents" publicado por Manufacturing Confectioners Company o en "Tenside Taschenbuch", H. Stache, 2ª Ed., Carl Hauser Verlag, 1981. Preferentemente los tensioactivos usados son saturados.

1) Tensioactivos aniónicos

50 Los compuestos detergentes aniónicos adecuados que se pueden usar son, normalmente, sales de metales alcalinos solubles en agua de sulfatos y sulfonatos orgánicos que tienen radicales alquilo que contienen de unos 8 a unos 22 átomos de carbono, usándose el término alquilo para incluir la porción alquílica de radicales acilo superiores. Ejemplos de compuestos detergentes aniónicos sintéticos adecuados son alquil sulfatos de sodio y de

- potasio, especialmente los obtenidos sulfatando alcoholes superiores C8 a C18 producidos, por ejemplo, a partir de aceite de sebo o de coco, alquil C9 a C20 benceno sulfonatos de sodio y de potasio, particularmente alquil secundario lineal C10 a C15 benceno sulfonatos; y sulfatos de sodio de éter alquil glicerílico, especialmente los éteres de alcoholes superiores derivados de aceite de sebo y de coco y alcoholes sintéticos derivados del petróleo.
- 5 Los tensioactivos aniónicos más preferidos son lauril éter sulfato sódico (SLES), particularmente preferido con 1 a 3 grupos etoxi, alquil C10 a C15 benceno sulfonatos de sodio y alquil C12 a C18 sulfatos de sodio. También son aplicables tensioactivos tales como los descritos en EP-A-328 177 (Unilever), que muestran resistencia al efecto salino, los tensioactivos de alquil poliglucósidos descritos en EP-A-070 074, y alquil monoglucósidos. Las cadenas de los tensioactivos pueden ser ramificadas o lineales.
- 10 También pueden estar presentes jabones. El jabón de ácido graso usado preferentemente contiene entre aproximadamente 16 y aproximadamente 22 átomos de carbono, preferentemente en una configuración de cadena recta. La contribución aniónica del jabón puede ser de 0 a 30 % en peso de la parte aniónica total. No se prefiere el uso de más del 10 % en peso de jabón. Preferentemente, al menos 50 % en peso del tensioactivo aniónico se selecciona entre: alquil C11 a C15 benceno sulfonatos de sodio; y alquil C12 a C18 sulfatos de sodio.
- 15 Preferentemente, el tensioactivo aniónico está presente en la partícula detergente revestida para el lavado a niveles entre 15 y 85 % en peso, más preferentemente 50 a 80 % en peso.

2) Tensioactivos no iónicos

- Compuestos detergentes no iónicos que se pueden usar incluyen, en particular, los productos de la reacción de compuestos que tienen un grupo hidrófobo y un átomo de hidrógeno reactivo, por ejemplo, alcoholes alifáticos, ácidos, amidas o alquil fenoles con óxidos de alquileno, especialmente óxido de etileno, ya sea solo o con óxido de propileno. Compuestos detergentes no iónicos preferidos son condensados de alquil C6 a C22 fenol-óxido de etileno, generalmente 5 a 25 EO (del inglés "Ethylene Oxide", óxido de etileno) es decir, 5 a 25 unidades de óxido de etileno por molécula, y los productos de condensación de alcoholes alifáticos C8 a C18 primarios o secundarios, lineales o ramificados, con óxido de etileno, generalmente 5 a 50 EO. Preferentemente, el compuesto no iónico es 10 a 50 EO, con mayor preferencia 20 a 35 EO. Se prefieren particularmente etoxilatos de alquilo.
- 20
- 25

Preferentemente, el tensioactivo no iónico está presente en la partícula detergente revestida para el lavado a niveles entre 5 y 75 % en peso, con mayor preferencia 10 a 40 % en peso.

El tensioactivo catiónico puede estar presente como ingrediente minoritario a niveles, preferentemente, entre 0 y 5 % en peso.

- 30 Preferentemente, todos los tensioactivos se mezclan juntos antes de secarlos. Se puede usar equipamiento de mezclado convencional. El núcleo tensioactivo de partícula detergente para el lavado se puede formar mediante compactación con rodillo y, a continuación, ser revestido preferentemente con una sal inorgánica.

Sistema tensioactivo tolerante al calcio

- 35 En otro aspecto, el núcleo es tolerante al calcio y esto es un aspecto preferido debido a que reduce la necesidad de reforzador.

Se prefieren mezclas de tensioactivo que no requieran que estén presentes reforzadores para su detergencia eficaz en agua dura. Dichas mezclas se denominan mezclas de tensioactivo tolerantes al calcio si pasan la prueba que se incluye aquí más abajo. Sin embargo, la invención también puede ser de uso para lavar con agua blanda, ya sea natural o preparada usando un ablandador de agua. En este caso, la tolerancia al calcio ya no es importante y se pueden usar mezclas distintas a las tolerantes al calcio.

40

La tolerancia al calcio de la mezcla de tensioactivo se prueba como sigue:

La mezcla de tensioactivo en cuestión se prepara a una concentración de 0,7 g de sólidos tensioactivos por litro de agua que contiene iones de calcio suficientes para dar una dureza francesa de 40 (4×10^{-3} Molar Ca^{2+}). Se añaden a la solución otros electrolitos que no tienen iones de dureza, tales como cloruro de sodio, sulfato de sodio e hidróxido de sodio para ajustar la fuerza iónica a 0,05M y el pH a 10. Se mide la absorción de luz de 540 nm de longitud de onda a través de 4 mm de muestra, 15 minutos después de preparación de la muestra. Se realizan diez mediciones y se calcula un valor promedio. Se considera que son tolerantes al calcio las muestras que dan un valor de absorción inferior a 0,08.

45

Ejemplos de mezclas de tensioactivo que satisfacen la prueba anterior para tolerancia al calcio incluyen las que tienen una parte importante de tensioactivo LAS (que no es por sí mismo tolerante al calcio), mezclado con uno o más de otros tensioactivos (co-tensioactivos) que son tolerantes al calcio, para dar una mezcla que es suficientemente tolerante al calcio para ser usable con poco o ningún reforzador y que pasan la prueba dada. Co-tensioactivos tolerantes al calcio incluyen SLES 1-7EO, y tensioactivos no iónicos de etoxilato de etilo, particularmente los que tienen puntos de fusión inferiores a 40 °C.

50

55

Una mezcla de tensioactivo de LAS/SLES tiene un perfil de espuma superior a una mezcla de tensioactivo no iónica de LAS y, por ello, se prefiere para formulaciones de lavado a mano que requieren altos niveles de espuma. Se puede usar SLES a niveles de hasta 30 %. Una partícula detergente revestida, para el lavado, tolerante al calcio, comprende 15 a 100 % en peso de tensioactivo aniónico del cual 20 a 30 % en peso es lauril éter sulfato sódico.

- 5 Una mezcla de tensioactivo LAS/NI proporciona una partícula más dura y su perfil de espuma más bajo la hace más adecuada para el uso con máquina lavadora automática.

El revestimiento

10 El revestimiento puede comprender una sal inorgánica soluble en agua. Se pueden incluir en el revestimiento otros ingredientes compatibles con el agua. Por ejemplo, agente de fluorescencia, SCMC, colorante de matizado, silicato, pigmentos y tintes.

Sales inorgánicas solubles en agua

15 Las sales inorgánicas solubles en agua preferentemente se seleccionan entre carbonato de sodio, cloruro de sodio, silicato de sodio y sulfato de sodio, o sus mezclas, con la mayor preferencia de 70 a 100 % en peso de carbonato de sodio. La sal inorgánica soluble en agua está presente como revestimiento sobre la partícula. La sal inorgánica soluble en agua preferentemente está presente a un nivel que reduce la pegajosidad de la partícula detergente para el lavado hasta un punto en que las partículas fluyen libremente.

20 Los expertos en la materia podrán apreciar que se pueden aplicar revestimientos de capas múltiples de materiales de revestimiento iguales o diferentes, pero se prefiere una sola capa de revestimiento por la simplicidad de la operación y para llegar al máximo de grosor del revestimiento. La cantidad de revestimiento debe encontrarse en el intervalo de 15 a 45 % en peso de la partícula, preferentemente de 20 a 40 % en peso, aún con más preferencia de 25 a 35 % en peso para los mejores resultados en términos de propiedades anti-formación de torta de las partículas detergentes y el control del flujo desde el paquete.

25 El revestimiento se aplica a la superficie del núcleo del tensioactivo por cristalización desde una solución acuosa de la sal inorgánica soluble en agua. La solución acuosa preferentemente contiene más de 50 g/l, más preferentemente 200 g/l de la sal. Se ha encontrado que un rociado acuoso de la solución de revestimiento en un lecho fluido da buenos resultados y también puede generar una envoltura liviana de las partículas detergentes durante el proceso de fluidización. Se puede necesitar secado y/o enfriamiento para terminar el proceso.

30 Mediante el revestimiento de partículas detergentes grandes de la presente invención, el grosor del revestimiento que se puede obtener por el uso de un nivel de revestimiento de, por ejemplo, 5 % en peso es mucho mayor que lo que se lograría sobre gránulos de detergente dimensionados en forma típica (esfera de 0,5-2 mm de diámetro).

35 Para propiedades de disolución óptimas, la razón de esta área superficial al volumen tiene que ser mayor que 3 mm^{-1} . Sin embargo, el grosor del revestimiento es inversamente proporcional a este coeficiente y, por tanto, la razón para el revestimiento "Área superficial de la partícula revestida" dividida por "Volumen de partícula revestida" debe ser inferior a 15 mm^{-1} .

La partícula detergente revestida

La partícula detergente revestida comprende de 70 a 100 % en peso, preferentemente 85 a 90 % en peso, de una composición detergente en un paquete.

40 Preferentemente, las partículas detergentes revestidas son sustancialmente de la misma forma y del mismo tamaño, lo que significa que, al menos 90 a 100 % de las partículas detergentes para el lavado, en las dimensiones de x, y, z están dentro de un 20 %, preferentemente 10 %, variable desde la partícula detergente para el lavado más grande a la más pequeña en la dimensión correspondiente.

Contenido de agua

45 Las partículas revestidas, preferentemente comprenden de 0 a 15 % en peso de agua, más preferentemente de 0 a 10 % en peso, lo más preferentemente de 1 a 5 % en peso de agua, a 293K y 50 % de humedad relativa. Esto facilita la estabilidad durante el almacenamiento de la partícula y sus propiedades mecánicas.

Otros ingredientes

Los ingredientes que se describen más abajo pueden estar presentes en el revestimiento o en el núcleo.

Colorante

50 Se puede añadir ventajosamente colorante al revestimiento; también o alternativamente se puede añadir al núcleo. En ese caso, preferentemente el colorante se disuelve en el tensioactivo antes de que se forme el núcleo.

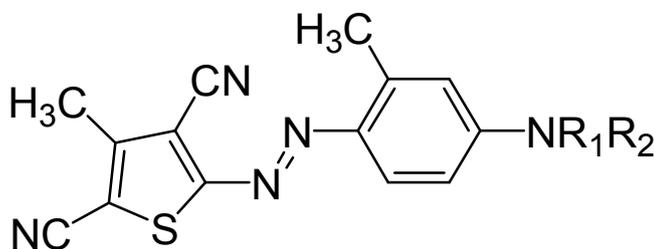
Los colorantes se describen en "Industrial Dyes" editado por K.Hunger 2003 Wiley-VCH ISBN 3-527-30426-6.

5 Los colorantes se seleccionan entre colorantes aniónicos y no iónicos. Los colorantes aniónicos están cargados negativamente en un medio acuoso a pH 7. Ejemplos de colorantes aniónicos se encuentran en las clases de colorantes ácidos y directos en Color Index (Society of Dyers and Colourists y American Association of Textile Chemists and Colorists). Los colorantes aniónicos preferentemente contienen al menos un grupo sulfonato o carboxilato. Los colorantes no iónicos no están cargados en un medio acuoso a pH 7, y se encuentran ejemplos en la clase de colorantes dispersos del Color Index.

10 Los colorantes pueden estar alcoxilados. Los colorantes alcoxilados preferentemente son de la siguiente forma genérica: Colorante-NR₁R₂. El grupo NR₁R₂ está unido a un anillo aromático del colorante. R₁ y R₂ se seleccionan independientemente entre cadenas de polioxilalquileo que tienen 2 o más unidades que se repiten y, preferentemente, que tienen 2 a 20 unidades que se repiten. Ejemplos de cadenas de polioxilalquileo incluyen óxido de etileno, óxido de propileno, óxido de glicidol, óxido de butileno y sus mezclas.

15 Una cadena de polioxilalquileo preferida es [(CH₂CR₃HO)_x(CH₂CR₄HO)_yR₅] en la cual x+y ≤ 5 en la que y ≥ 1 y z = 0 a 5, R₃ se selecciona entre: H; CH₃; CH₂O(CH₂CH₂O)_zH y sus mezclas; R₄ se selecciona entre: H; CH₂O(CH₂CH₂O)_zH y sus mezclas; y, R₅ se selecciona entre: H y CH₃.

Un colorante alcoxilado preferido para usar en la invención es:



Preferentemente, el colorante se selecciona entre colorantes ácidos, colorantes dispersos y colorantes alcoxilados.

El colorante más preferido es un colorante no iónico.

20 Preferentemente, el colorante se selecciona entre los que tienen antraquinona, mono-azo, bis-azo, xanteno; ftalocianina y cromóforos de fenazina. Más preferentemente, el colorante se selecciona entre los que tienen antraquinona y mono-azo cromóforos.

25 En un proceso preferido, el colorante se añade a la pasta de revestimiento y se agita antes de aplicarlo al núcleo de la partícula. La aplicación puede ser mediante cualquier método adecuado, preferentemente rociado por encima de la partícula del núcleo como se detalló anteriormente.

El colorante puede ser de cualquier color, preferentemente el colorante es azul, violeta, verde o rojo. Lo más preferentemente, el colorante es azul o violeta.

30 Preferentemente el colorante se selecciona entre: azul ácido 80, azul ácido 62, violeta ácido 43, verde ácido 25, azul directo 86, azul ácido 59, azul ácido 98, violeta directo 9, violeta directo 99, violeta directo 35, violeta directo 51, violeta ácido 50, amarillo ácido 3, rojo ácido 94, rojo ácido 51, rojo ácido 95, rojo ácido 92, rojo ácido 98, rojo ácido 87, amarillo ácido 73, rojo ácido 50, violeta ácido 9, rojo ácido 52, negro de alimentos 1, negro de alimentos 2, rojo ácido 163, negro ácido 1, naranja ácido 24, amarillo ácido 23, amarillo ácido 40, amarillo ácido 11, rojo ácido 180, rojo ácido 155, rojo ácido 1, rojo ácido 33, rojo ácido 41, rojo ácido 19, naranja ácido 10, rojo ácido 27, rojo ácido 26, naranja ácido 20, naranja ácido 6, y ftalocianinas de Al y Zn sulfonatadas, violeta disolvente 13, violeta disperso 26, violeta disperso 28, verde disolvente 3, azul disolvente 63, azul disperso 56, violeta disperso 27, amarillo disolvente 33, azul disperso 79:1.

El colorante es, preferentemente, un colorante de matizado para impartir una percepción de blancura a la tela del lavado.

El colorante puede estar unido covalentemente a la especie polimérica.

40 Se puede usar una combinación de colorantes.

Agente fluorescente

45 La partícula detergente revestida, para el lavado, preferentemente comprende un agente fluorescente (abrillantador óptico). Los agentes fluorescentes son bien conocidos y muchos de tales fluorescentes están disponibles en el mercado. Usualmente, estos agentes fluorescentes se suministran y se usan en forma de sus sales de metales alcalinos, por ejemplo, las sales de sodio. La cantidad total del agente o agentes fluorescentes usados en la

composición es generalmente de 0,005 a 2 % en peso, más preferentemente de 0,01 a 1,0 % en peso. Agentes de fluorescencia adecuados para usar en la invención se describen en el capítulo 7 de Industrial Dyes, editado por K.Hunger 2003 Wiley-VCH ISBN 3-527-30426-6.

5 Los agentes de fluorescencia preferidos se seleccionan entre las clases de diestirilbifenilos, triazinilaminoestilbenos, bis(1,2,3-triazol-2-il)estilbenos, bis(benzo[b]furan-2-il)bifenilos, 1,3-difenil-2-pirazolinas y cumarinas. El agente de fluorescencia preferentemente está sulfonatado.

10 Clases preferidas de agente de fluorescencia son: compuestos de di-estiril bifenilo, por ejemplo, Tinopal (Marca Registrada) CBS-X, compuestos de ácido di-amina estilbeno di-sulfónico, por ejemplo, Tinopal DMS puro Xtra y Blankophor (Marca Registrada) HRH, y compuestos de pirazolina, por ejemplo, Blankophor SN. Los agentes de fluorescencia preferidos son: 2 (4-estiril-3-sulfofenil)-2H-naftol[1,2-d]triazol sódico, de 4,4'-bis[[4-anilino-6-(N metil-N-2-hidroxietil) amino 1,3,5-triazin-2-il]]amino}estilbeno-2-2'-disulfonato disódico, 4,4'-bis[[4-anilino-6-morfolino-1,3,5-triazin-2-il]]amino}estilbeno-2-2'-disulfonato disódico, y 4,4'-bis(2-sulfoestiril)bifenilo disódico.

El Tinopal® DMS es la sal disódica de 4,4'-bis[[4-anilino-6-morfolino-1,3,5-triazin-2-il]]amino}estilbeno-2-2'-disulfonato disódico. El Tinopal® CBS es la sal disódica de 4,4'-bis(2-sulfoestiril)bifenilo disódico.

15 Perfume

Preferentemente, la composición comprende un perfume. Preferentemente, el perfume está en el intervalo de 0,001 a 3 % en peso, lo más preferentemente de 0,1 a 1 % en peso. Muchos ejemplos adecuados de perfumes se proporcionan en la CTFA (Cosmetic, Toiletry and Fragrance Association) 1992 Guía internacional de compradores, publicada por CFTA Publications y OPD 1993 Chemicals Buyers Directory 80^a Edición Anual, publicada por Schnell Publishing Co.

20 Es lugar común para una pluralidad de componentes de perfumes estar presentes en una formulación. En las composiciones de la presente invención, se visualiza que haya cuatro o más, preferentemente cinco o más, más preferentemente seis o más y aún siete o más componentes de perfume diferentes.

25 En las mezclas de perfume, preferentemente 15 a 25 % en peso son notas altas. Notas altas se define por Poucher (Journal of the Society of Cosmetic Chemists 6(2):80 [1955]). Se seleccionan notas altas entre aceites de limón, linalol, acetato de linalilo, lavándula, dihidromircenol, óxido de rosa y cis-3-hexanol. El perfume se puede añadir al núcleo ya sea como líquido o como partículas de perfume encapsulado. El perfume se puede mezclar con un material no iónico y aplicarse como un revestimiento a las partículas extruidas, por ejemplo rociándolo mezclado con tensioactivo no iónico fundido. El perfume también puede ser introducido dentro de la composición por medio de un gránulo de perfume separado y entonces la partícula detergente no necesita contener perfume.

30 Se prefiere que las partículas detergentes revestidas no contengan un blanqueador de peróxigeno, por ejemplo, percarbonato de sodio, perborato de sodio, perácido.

Polímeros

35 La composición puede comprender uno o más de otros polímeros. Ejemplos son carboximetilcelulosa, poli(etilen glicol), poli(alcohol vinílico), polietilen iminas, polietilen iminas etoxiladas, policarboxilatos de polímeros poliéster solubles en agua, tales como poliacrilatos, copolímeros de ácido maleico/acrílico y copolímeros de metacrilato de laurilo/ácido acrílico.

Enzimas

Preferentemente están presentes en la composición una o más enzimas.

40 Preferentemente, el nivel de cada enzima es de 0,0001 % en peso a 0,5 % en peso de proteína. Enzimas contempladas especialmente incluyen proteasas, alfa-amilasas, celulasas, lipasas, peroxidadas/oxidadas, pectato liasas y mananasas o sus mezclas.

45 Las lipasas adecuadas incluyen las de origen bacteriano o fúngico. Se incluyen mutantes modificados químicamente o por ingeniería genética de proteínas. Ejemplos de lipasas útiles incluyen lipasas de Humicola (sinónimo Thermomyces), por ejemplo, de H. lanuginosa (T. lanuginosus) como se describe en EP 258 068 y EP 305 216 o de H. insolens como se describe en WO 96/13580, una lipasa de Pseudomonas, por ejemplo, de P. alcaligenes o P. pseudoalcaligenes (EP 218 272), P. cepacia (EP 331 376), P. stutzeri (GB 1,372,034), P. fluorescens, Pseudomonas sp. cepa SD 705 (WO 95/06720 y WO 96/27002), P. wisconsinensis (WO 96/12012), una lipasa de Bacillus, por ejemplo, de B. subtilis (Dartois *et al.* (1993), Biochemica et Biophysica Acta, 1131, 253-360), B. stearothermophilus (JP 64/744992) o B. pumilus (WO 91/16422).

50 Otros ejemplos son variantes de lipasa tales como las descritas en WO 92/05249, WO 94/01541, EP 407 225, EP 260 105, WO 95/35381, WO 96/00292, WO 95/30744, WO 94/25578, WO 95/14783, WO 95/22615, WO 97/04079 y WO 97/07202, WO 00/60063, WO 09/107091 y WO09/111258.

Enzimas de lipasa preferidas incluyen Lipolase™ y Lipolase Ultra™, Lipex™ (Novozymes A/S) y Lipoclean™.

El método de la invención se puede realizar en presencia de fosfolipasa clasificada como EC 3,1.1.4 y/o EC 3,1.1.32. Como se usa en el presente documento, el término fosfolipasa es una enzima que tiene actividad frente a fosfolípidos.

- 5 Los fosfolípidos, tales como la lecitina o fosfatidilcolina, constan de glicerol esterificado con dos ácidos grasos en las posiciones externa (sn-1) y media (sn-2) y esterificado con ácido fosfórico en la tercera posición; el ácido fosfórico, a su vez, puede estar esterificado con un amino-alcohol. Las fosfolipasas son enzimas que participan en la hidrólisis de fosfolípidos. Se pueden distinguir varios tipos de actividad, incluyendo las fosfolipasas A1 y A2 que hidrolizan un grupo acilo graso (en la posición sn-1 y sn-2, respectivamente) para formar lisofosfolípido; y lisofosfolipasa (o fosfolipasa B) que puede hidrolizar el grupo acilo graso remanente en el lisofosfolípido. La fosfolipasa C y la fosfolipasa D (fosfodiesterasas) liberan diacil glicerol o ácido fosfatídico, respectivamente.

- 15 Las proteasas adecuadas incluyen las de origen animal, vegetal o microbiano. Se prefiere el origen microbiano. Se incluyen mutantes modificados químicamente o por ingeniería genética de proteínas. La proteasa puede ser una serina proteasa o una metaloproteasa, preferentemente una proteasa alcalina microbiana o una proteasa tipo tripsina. Enzimas proteasas adecuadas incluyen Alcalase™, Savinase™, Primase™, Duralase™, Dyrazym™, Esperase™, Everlase™, Polarzyme™, y Kannase™, (Novozymes A/S), Maxatase™, Maxacal™, Maxapem™, Properase™, Purafect™, Purafect OxP™, FN2™, y FN3™ (Genencor International Inc.).

- 20 El método de la invención se puede realizar en presencia de cutinasa, clasificada en EC 3.1.1.74. La cutinasa usada de acuerdo con la invención puede ser de cualquier origen. Preferentemente, las cutinasas son de origen microbiano, en particular de origen bacteriano, fúngico o de levaduras.

- 25 Las amilasas adecuadas (alfa y/o beta) incluyen las de origen bacteriano o fúngico. Se incluyen mutantes modificados químicamente o por ingeniería genética de proteínas. Las amilasas incluyen, por ejemplo, alfa-amilasas obtenidas de Bacillus, por ejemplo, una cepa especial de B. licheniformis, descrita con más detalle en GB 1.296.839, o las cepas de Bacillus sp. descritas en WO 95/026397 o WO 00/060060. Amilasas adecuadas son Duramyl™, Termamyl™, Termamyl Ultra™, Natalase™, Stainzyme™, Fungamyl™ y BAN™ (Novozymes A/S), Rapidase™ y Purastar™ (de Genencor International Inc.).

- 30 Las celulasas adecuadas incluyen las de origen bacteriano y fúngico. Se incluyen mutantes modificados químicamente o por ingeniería genética de proteínas. Las celulasas adecuadas incluyen celulasas de los géneros Bacillus, Pseudomonas, Humicola, Fusarium, Thielavia, Acremonium, por ejemplo, las celulasas fúngicas producidas a partir de Humicola insolens, Thielavia terrestris, Myceliophthora thermophila y Fusarium oxysporum descritas en US 4,435,307, US 5,648,263, US 5,691,178, US 5,776,757, WO 89/09259, WO 96/029397, y WO 98/012307. Las celulasas incluyen Celluzyme™, Carezyme™, Endolase™, Renozyme™ (Novozymes A/S), Clazinase™ y Puradax HA™ (Genencor International Inc.), y KAC-500(B)™ (Kao Corporation).

- 35 Las peroxidasas/oxidadas adecuadas incluyen las de origen vegetal, bacteriano o fúngico. Se incluyen mutantes modificados químicamente o por ingeniería genética de proteínas. Ejemplos de peroxidasas útiles incluyen peroxidasas de Coprinus, por ejemplo, de C. cinereus, y sus variantes, como las descritas en WO 93/24618, WO 95/10602, y WO 98/15257. Las peroxidasas incluyen Guardzyme™ y Novozym™ 51004 (Novozymes A/S).

Otras enzimas adecuadas se describen en WO2009/087524, WO2009/090576, WO2009/148983 y WO2008/007318.

Estabilizadores de enzimas

- 40 Cualquier enzima presente en la composición puede estabilizarse usando agentes estabilizadores convencionales, por ejemplo, un poliol tal como propilenglicol o glicerol, un azúcar o alcohol de azúcar, ácido láctico, ácido bórico, o un derivado de ácido bórico, por ejemplo, un éster borato aromático, o un derivado de ácido fenil borónico tal como ácido 4-formilfenil borónico, y la composición se puede formular como se describe, por ejemplo, en WO 92/19709 y WO 92/19708.

- 45 También pueden estar presentes secuestrantes en las partículas detergentes.

La invención se describirá adicionalmente con referencia a los siguientes ejemplos no limitantes.

Ejemplos

En el ejemplo 1 se fabrican partículas detergentes revestidas grandes siguiendo el procedimiento del documento PCT/EP2010/055256.

- 50 **Ejemplo 1 - Preparación de las partículas revestidas**

Las materias primas tensioactivos se mezclaron juntas para dar una pasta activa al 67 % que comprendía 85 partes de LAS (alquil benceno sulfonato lineal) y 15 partes de tensioactivo no iónico. Las materias primas usadas fueron:

ES 2 555 406 T3

LAS: Unger Ufasan 65
 Producto no iónico: BASF Lutensol AO30

- 5 La pasta se precalentó hasta la temperatura de alimentación y se alimentó a la parte superior de un evaporador de película frotada para reducir el contenido de humedad y producir una mezcla de tensioactivo íntima, sólida, que pasó la prueba de tolerancia al calcio. Las condiciones usadas para producir esta mezcla LAS/NI se dan en la Tabla 1.

Tabla 1

	Temp. del recipiente con camisa	81 °C
Alimentación	Entrada Nominal	55 kg/h
	Temperatura	59 °C
	Densidad	1,08 kg/l
Producto	Humedad (KF*)	0,85 %
	NaOH libre	0,06 %
*analizada por el método de Karl Fischer		

Al salir de la base del evaporador de película frotada, la mezcla de tensioactivo secada se dejó caer sobre un rodillo frío donde se enfrió hasta menos de 30 °C.

- 10 Después de dejar el rodillo frío, las partículas de mezcla de tensioactivo enfriadas se molieron usando un molino de martillo; también se añadió al molino de martillo 2 % de Alusil® como coadyuvante de molienda.

El material molido resultante era higroscópico y se guardó en recipientes sellados.

- 15 La composición molida y secada, enfriada, se alimentó a un extrusor de doble tornillo co-rotativos equipado con una placa con orificios conformados y una cuchilla para cortar. También se dosificó un número de otros componentes en el extrusor como se muestra en la Tabla 2.

Tabla 2

	Ejemplo 1
Extrusor	Partes (partícula final = 100)
Mezcla LAS/NI	64,3
SCMC	1,0
Perfume	0,75

Se encontró que el promedio del diámetro y del grosor de las partículas de muestras de las partículas extruidas era 4,46 mm y 1,13 mm, respectivamente. La desviación típica fue aceptablemente baja en menos del 10 %.

- 20 Luego las partículas se revistieron usando un lecho fluido Strea 1. El revestimiento se añadió como una solución acuosa y se completó el revestimiento en las condiciones dadas en la Tabla 3. El % en peso de revestimiento está basado en el peso de la partícula revestida.

Tabla 3

Ejemplo	1
Sólido en masa [kg]	1,25
Solución de revestimiento	Carbonato de sodio (30 %)
Solución de revestimiento en masa [kg]	1,8
Temperatura de la entrada de aire [°C]	80
Temperatura de la salida de aire [°C]	38
Velocidad de alimentación del revestimiento [g/min]	16
Temperatura de la alimentación del revestimiento [°C]	55

- 25 La composición de las partículas revestidas se da en la Tabla 4.

Tabla 4

	Ejemplo 1
Extrusor	Partes (partículas finales = 100)
Mezcla LAS/NI	64,30
SCMC	1,00
Perfume	0,75
Lecho fluido	
Carbonato	28,25
Minoritarios/Humedad	5,70

5 Las partículas extruidas revestidas tienen un aspecto excelente debido a la elevada suavidad de su superficie. Sin desear quedar ligados a teoría alguna, se cree que esto se debe a que las partículas no revestidas son más grandes y más aplastadas que las partículas detergentes usuales y que su núcleo tiene un contenido de sólidos mucho más bajo que lo usual (por supuesto que está exento de materiales estructurantes sólidos).

Ejemplo 2

10 Se midió la razón de BD (del inglés "Bulk Density", densidad aparente) con golpeado a BD con vaciado para las partículas revestidas del ejemplo 1 (esferoides achatados) y dos polvos detergentes para el lavado convencionales. Los resultados se dan en la tabla 5.

BD con vaciado - La densidad aparente de la composición detergente total en la forma aireada no compactada (sin golpeado), determinada midiendo el aumento de peso debido al vaciamiento de la composición para llenar un contenedor de 1 litro. El contenedor se llena en exceso y luego se retira el exceso de polvo moviendo un filo recto por encima del borde para dejar el nivel del contenido a la altura máxima del contenedor.

15 BD con golpeado - El contenedor de BD se equipó con un collarín removible para ampliar la altura del contenedor. Este contenedor extendido se llenó luego mediante la técnica de la BD con vaciado. Luego se colocó el contenedor ampliado en un agitador Retsch Sieve Shaker y se dejó vibrar/golpear durante 5 min usando la perilla 0,2 mm/"g" del instrumento. Luego se retiró el collarín y el exceso de polvo se niveló como para la medición de la BD convencional, se midió la masa del contenedor y se calculó la BD con golpeado de la manera habitual.

20

Tabla 5

Partícula	BD con vaciado: BD con golpeado
Esferoides achatados revestidos, de tamaño grande *	1,10
Composición en polvo de la técnica anterior 1 marca: "OMO"	1,10
Composición en polvo de la técnica anterior marca: "Ariel"	1,15
*extruido de 5 mm de diámetro y cortado a un grosor de 1 mm antes del rociado para el revestimiento con solución de carbonato de sodio para dar una partícula que tenía un revestimiento del 30 % de carbonato de sodio que es un esferoide achatado con un ecuador ligeramente aplanado que resultó de la extrusión.	

Como se puede ver a partir de la Tabla 1, las partículas revestidas no esféricas de la invención se depositan, con mucho, de la misma manera que los polvos esféricos pequeños de la técnica anterior. La pequeña diferencia en las relaciones de BD con vaciado a BD con golpeado no es significativa.

25 Ejemplo 3

Se midió el volumen depositado después de golpear ligeramente durante 1 min usando el agitador con tamiz Retsch fijado en 0,2 mm/"g". Los resultados se dan en la tabla 6.

Tabla 6

Muestra	Volumen inicial	Volumen final
Esferoides achatados revestidos, de tamaño grande *	500 ml	480 ml
Composición en polvo de la técnica anterior 1: marca "OMO"	500 ml	470 ml

(continuación)

Muestra	Volumen inicial	Volumen final
Composición en polvo de la técnica anterior 2: marca "Ariel"	500 ml	445 ml

Solamente las partículas revestidas no esféricas, grandes, fluyeron libremente fuera del cilindro de medición después de este experimento. Por el contrario, se compararon ambos polvos de la técnica anterior y el cilindro necesitó que se le golpeará ligeramente para hacerlos fluir.

Un experto en la materia apreciará que el esferoide achatado está formado por un extruido circular que está siendo cortado a medida que sale de un conducto. La sección interior del extruido se mueve a mayor velocidad que el borde del extruido cuando es cortado en forma de esferoide achatado. El proceso de revestimiento también sirve para redondear más los bordes del esferoide achatado. Un experto en la materia de la fabricación de detergentes apreciará que habrá alguna desviación en la exactitud de los esferoides. Esto puede ser confirmado por referencia a la sección experimental. El mismo razonamiento debe aplicarse a la descripción de la partícula como un disco. El disco tendrá superficies redondeadas en virtud de la extrusión y el revestimiento.

Ejemplo 4

Se mide el DFR (del inglés "Dynamic Flow Rate", caudal dinámico) convencional en ml/s usando un tubo de vidrio cilíndrico que tiene un diámetro interno de 35 mm y una longitud de 600 mm. El tubo se engrapa en forma segura con su eje vertical longitudinal. Su extremo inferior está terminado por medio de un cono suave de poli(cloruro de vinilo) que tiene un ángulo interno de 15° y un orificio de salida inferior de 22,5 mm de diámetro. Se coloca un sensor de rayos 150 mm por encima del orificio y un segundo sensor de rayos 250 mm por encima del primer sensor.

Para determinar el caudal dinámico de una muestra de composición detergente, se cierra temporalmente el orificio de salida, por ejemplo, cubriéndolo con un trozo de tarjeta, y la composición detergente se vacía en la parte superior del cilindro hasta que el nivel de la composición detergente esté a 100 mm por encima del sensor superior. Entonces se abre la salida y se mide electrónicamente el tiempo t (segundos) tomado para que el nivel de la composición detergente caiga desde el sensor superior al sensor inferior. La DFR es el volumen del tubo entre los sensores, dividido por el tiempo medido. Se montó este equipo en el conjunto de y tamiz fijado a 0,2 mm/"g" durante 1 min. La sacudida o la vibración se hace después de llenar el cilindro y antes de que sea abierta la salida. A cada muestra se le dio un "empujoncito" después de la vibración para iniciar el flujo pues el tubo de salida era estrecho y tendía a bloquearse con todos los polvos. Si era insuficiente un empujoncito para empezar el flujo, entonces se registraba caudal cero. Los resultados se dan en la tabla 7.

Tabla 7

Muestra	DFR con vaciado ml/s	DFR con golpeado ml/s
Esferoides revestidos de tamaño grande*	98	99
Composición en polvo de la técnica anterior 1: marca "OMO"	114	0
Composición en polvo de la técnica anterior 2: marca "Ariel"	51	0

Se puede ver, a partir de la tabla 7, que las partículas adecuadas para usarse en la invención tienen retención muy mejorada de sus propiedades de flujo en estas condiciones - faltó determinar si esta mejor retención de flujo para estas partículas fue debida a su tamaño mayor, su forma no esférica o su revestimiento (los polvos comerciales esféricos no estaban revestidos).

Ejemplo 5

Tabla 8

	DFR con vaciado ml/s	DFR con golpeado ml/s
Gránulo revestido de la técnica anterior (esfera pequeña ~500 µm y revestida)	160	152
Esferoides achatados de tamaño grande, no revestidos	134	124

La DFR de los esferoides achatados no esféricos, grandes y no revestidos, fue peor que la de partículas revestidas, esféricas, más pequeñas, bajo ambas pruebas (con golpeado y sin golpeado). Los esferoides achatados no revestidos, sin embargo, fluyen mucho mejor que los polvos de la técnica anterior no revestidos. Por tanto es factible usar una pequeña proporción de partículas esferoides achatadas, no revestidas, en la composición, es decir, hasta

30 % de las partículas totales, preferentemente hasta 15 % en número.

Sorprendentemente, a partir de la tabla 8, las partículas no esféricas revestidas, a pesar de su aspecto superior a las partículas con núcleo, no revestidas, tienen DFR inferior que las no revestidas, por lo que el revestimiento está mejorando el aspecto, pero no el flujo. Sin embargo, las partículas revestidas tienen una DFR consistente. Parecen

5

REIVINDICACIONES

- 5 1. Una composición detergente en partículas, empaquetada, en la que la composición comprende más del 40 % en peso de tensioactivo detergente, al menos 70 % en número de partículas contienen un núcleo, que comprende principalmente tensioactivo y, alrededor del núcleo, un revestimiento soluble en agua en una cantidad de 10 a 45 % en peso, basado en la partícula revestida, teniendo cada partícula revestida dimensiones perpendiculares x, y, z, en la que x mide de 0,2 a 2 mm, y mide de 2,5 a 8 mm y z mide de 2,5 a 8 mm, siendo las partículas empaquetadas sustancialmente de la misma forma y el mismo tamaño entre sí y las partículas revestidas son esferoides achatados.
2. Una composición empaquetada de acuerdo con la reivindicación 1, en la que el revestimiento comprende al menos 10 % en peso de una sal soluble en agua.
- 10 3. Una composición empaquetada de acuerdo con la reivindicación 2, en la que la sal es una sal inorgánica.
4. Una composición empaquetada de acuerdo con la reivindicación 3, en la que la sal inorgánica es carbonato de sodio.
5. Una composición empaquetada de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que la cantidad de revestimiento sobre cada partícula revestida es de 20 a 35 % en peso.
- 15 6. Una composición empaquetada de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que el porcentaje en número de la composición empaquetada de partículas que comprenden el núcleo y el revestimiento es al menos 85 %.
7. Una composición empaquetada de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que las partículas empaquetadas comprenden de 0,001 a 3 % en peso de perfume.
- 20 8. Una composición empaquetada de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que el núcleo de las partículas revestidas comprende menos de 5 % en peso, preferentemente menos de 2,5 % en peso de material inorgánico.
9. Una composición empaquetada de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que las partículas de la composición, en una mayor porción en número, están coloreadas de color distinto al blanco.
- 25 10. Una composición empaquetada de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que el paquete es transparente.
11. Una composición empaquetada de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que el paquete es resellable.
- 30 12. Una composición empaquetada de acuerdo con la reivindicación 10, en la que el paquete es resellable por medio de un tapón roscado, el cual también sirve como medida de dosificación.
13. Una composición empaquetada de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que el paquete está provisto de un orificio de salida que es de área significativamente menor que la parte más ancha del paquete, preferentemente menos que 25 % del área de la sección transversal máxima paralela a la horizontal.
- 35 14. Una composición empaquetada de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que la composición es una composición detergente para el lavado.
15. Una composición empaquetada de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que x mide de 1 a 2 mm e y y z mide, cada uno, preferentemente de 3 a 6 mm.
- 40 16. Un procedimiento para el lavado de ropa que usa la composición empaquetada de acuerdo con la reivindicación 12 que comprende las etapas de retirar la parte superior resellable de un paquete y golpear ligeramente el paquete hasta sacar del paquete la cantidad requerida de su contenido de partículas, siendo la cantidad requerida preferentemente inferior a 40 g, más preferentemente menor de 25 g, dosificando luego la cantidad requerida para el lavado.