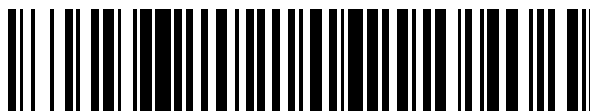


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 602 176**

51 Int. Cl.:

**C11D 17/00** (2006.01)

**C11D 3/40** (2006.01)

**C11D 3/04** (2006.01)

**C11D 3/08** (2006.01)

**C11D 3/10** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **01.09.2011 PCT/EP2011/065150**

87 Fecha y número de publicación internacional: **19.04.2012 WO12048948**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **01.09.2011 E 11752535 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **10.08.2016 EP 2627760**

54 Título: **Partículas de detergente para lavado de ropa**

30 Prioridad:

**14.10.2010 EP 10187511**

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

**17.02.2017**

73 Titular/es:

**UNILEVER N.V. (100.0%)**

**Weena 455**

**3013 AL Rotterdam, NL**

72 Inventor/es:

**BACHELOR, STEPHEN, NORMAN;**

**CHAPPLE, ANDREW, PAUL y**

**KENINGLEY, STEPHEN, THOMAS**

74 Agente/Representante:

**CARPINTERO LÓPEZ, Mario**

**ES 2 602 176 T3**

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

**DESCRIPCIÓN**

Partículas de detergente para lavado de ropa

**Campo de la invención**

5 La presente invención se refiere a partículas de color sustancialmente claro que proporcionan un color perceptible cuando se añaden a un licor.

**Antecedentes de la invención**

10 El documento W09932599 describe un procedimiento para fabricar partículas de detergente para lavado de ropa, siendo un procedimiento de extrusión en el cual un adyuvante de detergencia y un tensioactivo, comprendiendo el último como un componente principal un tensioactivo aniónico sulfatado o sulfonatado, se suministran dentro de un extrusor, se hace funcionar mecánicamente a una temperatura de al menos 40 °C, preferentemente al menos 60 °C, y se extruye a través de una cabeza de extrusión que tiene una pluralidad de aberturas de extrusión. En la mayoría de los ejemplos, el tensioactivo se suministra al extrusor junto con el adyuvante de detergencia en una proporción de no más de 1 parte del adyuvante de detergencia a 2 partes del tensioactivo. El extruido aparentemente requería secado adicional. En el Ejemplo 6, la pasta PAS se secó y se extruyó. Tales tallarines de PAS se conocen bien en la técnica anterior. Los tallarines son típicamente de forma cilíndrica y su longitud excede su diámetro, como se describe en el Ejemplo 2.

15 El documento US 7.022.660 describe un procedimiento para la preparación de una partícula de detergente que tiene un recubrimiento.

**Sumario de la invención**

20 Los presentes inventores han descubierto que es posible tener un recubrimiento que contiene colorante que es sustancialmente incoloro pero que libera el color del colorante al licor de lavado. La presente invención puede aumentar también la fotoestabilidad del colorante en el producto con el almacenamiento.

25 Los presentes inventores han descubierto también que es posible proporcionar una partícula detergente para lavado de ropa recubierta para proporcionar un color de lavado que es diferente del color percibido, diferente del blanco, de la partícula detergente para lavado de ropa recubierta; a este respecto, el color percibido se debe a un pigmento. El color percibido de la partícula de detergente para lavado de ropa recubierta es preferentemente blanco pero por ejemplo una partícula detergente para lavado de ropa recubierta roja o naranja puede proporcionar un color azul al lavado. Alternativamente, una partícula de detergente para lavado de ropa recubierta roja puede proporcionar un beneficio de matiz que se percibe como blancura por el uso de un colorante de matiz azul o violeta.

30 En un aspecto la presente invención proporciona una partícula de detergente recubierta que tiene dimensiones perpendiculares x, z e y, en las que x es de 1 a 2 mm, y es de 2 a 8 mm (preferentemente de 3 a 8 mm) y z es de 2 a 8 mm (preferentemente de 3 a 8 mm), en las que la partícula comprende:

- 35 (i) del 40 al 90 % en peso, preferentemente del 50 al 90 % en peso, de tensioactivo seleccionado de: tensioactivo aniónico; y tensioactivo no iónico;
- (ii) del 1 al 40 % en peso, preferentemente del 20 al 40 % en peso, de sales inorgánicas solubles en agua; y,
- (iii) del 0,0001 al 0,1 % en peso del colorante, preferentemente del 0,001 al 0,01 % en peso del colorante, en el que el colorante está unido covalentemente a de 1 a 4 grupos sulfonato,

en el que las sales inorgánicas y el colorante están presentes sobre la partícula de detergente para lavado de ropa como un recubrimiento y el tensioactivo está presente como un núcleo.

40 Salvo que se indique de otra manera todos los % en peso se refieren al porcentaje total en la partícula como pesos secos.

45 En un aspecto adicional, la presente invención proporciona una partícula de detergente recubierta que es una formulación concentrada con más tensioactivo que sólido inorgánico. Únicamente al tener el recubrimiento que encierra el tensioactivo que es suave puede tener tales concentrado de partículas donde la dosis unitaria requerida para un lavado se reduce. La adición de disolvente al núcleo podría dar como resultado la conversión de la partícula en una formulación líquida. Por otra parte, teniendo una mayor cantidad de sólido inorgánico podría dar como resultado una formulación menos concentrada; un alto contenido inorgánico podría regresar nuevamente al polvo granular de baja concentración de tensioactivo, convencional. La partícula de detergente recubierta de la presente invención se asienta en la parte intermedia de dos formatos convencionales (líquidos y granulares).

**Descripción Detallada de la Invención****FORMA**

Preferentemente, la partícula de detergente para lavado de ropa recubierta es curva.

La partícula de detergente para lavado de ropa recubierta puede ser lenticular (con forma de una lenteja completa seca), un elipsoide achatado por los polos, donde  $z$  e  $y$  son los diámetros ecuatoriales y  $x$  es el diámetro polar; preferentemente  $y = z$ .

La partícula de detergente para lavado de ropa recubierta puede darse forma de un disco.

- 5 Preferentemente la partícula de detergente para lavado de ropa recubierta no tiene orificio; es decir, la partícula de detergente para lavado de ropa recubierta no tiene un conducto que pase a través de ésta que pase a través del núcleo, es decir, la partícula de detergente recubierta tiene un orden topológico de cero.

## NÚCLEO

### TENSIOACTIVO

- 10 La partícula de detergente para lavado de ropa recubierta comprende entre el 40 y el 90 % en peso, preferentemente del 50 al 90 % en peso de un tensioactivo, lo más preferentemente del 70 al 90 % en peso. En general, los tensioactivos no iónicos y aniónicos del sistema tensioactivo pueden elegirse de los tensioactivos descritos en "Surface Active Agents", vol. 1, por Schwartz & Perry, Interscience 1949, Vol. 2 por Schwartz & Perry & Berch, Interscience 1958, en la edición actual de "McCutcheon's Emulsifiers and Detergentes", publicado por Manufacturing Company o en "Tenside-Taschenbuch", H. Stache, 2ª. Ed., Carl Hauser Verlag, 1981. Preferentemente los tensioactivos utilizados son saturados.

#### Tensioactivos Aniónicos

- 20 Los compuestos detergentes aniónicos adecuados que pueden utilizarse son usualmente sales de metales alcalinos solubles en agua de sulfatos y sulfonatos orgánicos que tienen radicales alquilo que contienen de aproximadamente 8 a aproximadamente 22 átomos de carbono, usándose el término alquilo para incluir la porción alquilo de los radicales acilo superiores. Los ejemplos de compuestos detergentes aniónicos sintéticos adecuados son alquilsulfatos de sodio y de potasio, especialmente aquellos obtenidos sulfatando alcoholes superiores de  $C_8$  a  $C_{18}$ , producidos por ejemplo a partir de sebo o aceite de coco, bencensulfonatos de alquilo  $C_9$  a  $C_{20}$  de sodio y potasio, particularmente bencensulfonatos de alquilo  $C_{10}$  a  $C_{15}$  secundarios lineales de sodio; y étersulfatos de alquilglicerilo de sodio, especialmente aquellos éteres de alcoholes superiores derivados de sebo o aceite de coco y alcoholes sintéticos derivados de petróleo. La mayoría de los tensioactivos aniónicos preferidos son étersulfato de laurilo sódico (SLES), particularmente preferido con 1 a 3 grupos etoxi, bencensulfonatos de alquilo  $C_{10}$  a  $C_{15}$  de sodio y sulfatos de alquilo  $C_2$  a  $C_{18}$  de sodio. También son aplicables los tensioactivos tales como aquellos descritos en el documento EP-A-328.177 (Unilever), que muestran resistencia a la salificación, los tensioactivos de poliglucósido de alquilo descritos en el documento EP-A-070,074 y los monoglucósidos de alquilo. Las cadenas de los tensioactivos pueden ser ramificadas o lineales.

Los jabones también pueden estar presentes. El jabón de ácido graso utilizado preferentemente contiene de aproximadamente 16 a aproximadamente 22 átomos de carbono, preferentemente en una configuración de cadena recta. La contribución aniónica del jabón es preferentemente del 0 al 30 % en peso del aniónico total.

- 35 Preferentemente, al menos un 50 % en peso del tensioactivo aniónico se selecciona de: bencensulfonatos de alquilo de  $C_{11}$  a  $C_{15}$  de sodio; y sulfatos de alquilo de  $C_{12}$  a  $C_{18}$  de sodio. Aún más preferentemente, el tensioactivo aniónico son bencensulfonatos de alquilo  $C_{11}$  a  $C_{15}$  de sodio.

Preferentemente el tensioactivo aniónico está presente en la partícula de detergente para lavado de ropa recubierta a niveles entre el 15 y el 85 % en peso, más preferentemente del 50 al 80 % en peso del tensioactivo total.

#### Tensioactivos no Iónicos

- 45 Los compuestos detergentes no iónicos adecuados que pueden usarse incluyen, en particular, los productos de reacción de los compuestos que tienen un grupo hidrófobo y un átomo de hidrógeno reactivo, por ejemplo, alcoholes alifáticos, ácidos, amidas o alquilfenoles con óxidos de alquileo, especialmente óxido de etileno ya sea solo o con óxido de propileno. Los compuestos detergentes no iónicos preferidos son condensados de óxido de fenoletileno de alquilo  $C_6$  a  $C_{22}$ , generalmente de 5 a 25 EO, es decir 5 a 25 unidades de óxido de etileno por molécula, y los productos de condensación de los alcoholes lineales o ramificados primarios o secundarios alifáticos de  $C_8$  a  $C_{18}$  con óxido de etileno, en general de 5 a 50 EO, Preferentemente, el no iónico es 10 a 50 EO, más preferentemente 20 a 35 EO. Los etoxilatos de alquilo se prefieren particularmente.

- 50 Preferentemente, el tensioactivo no iónico está presente en la partícula de detergente para lavado de ropa recubierta a niveles del 5 al 75 % en peso del tensioactivo total, más preferentemente del 10 al 40 % en peso del tensioactivo total.

El tensioactivo catiónico puede estar presente como ingredientes menores a niveles preferentemente entre el 0 y el 5 % en peso del tensioactivo total.

Preferentemente todos los tensioactivos se mezclan entre sí antes de secarse. Puede usarse equipo de mezclado convencional. El núcleo de tensioactivo de la partícula de detergente para lavado de ropa puede formarse mediante extrusión o compactación con rodillo y posteriormente recubrirse con una sal inorgánica.

#### Sistema tensioactivo tolerante al calcio

- 5 En otro aspecto el sistema tensioactivo usado es tolerante al calcio y este es un aspecto preferido debido a que esto reduce la necesidad de adyuvante de detergencia.

Se prefieren las mezclas de tensioactivos que no requieren que estén presentes los adyuvantes de detergencia para la detergencia eficaz en agua dura. Tales mezclas se denominan mezclas de tensioactivos tolerantes al calcio si pasan el ensayo descrito a continuación en el presente documento. Sin embargo, la presente invención puede también ser de uso para el lavado con agua blanda, ya sea de origen natural o elaborada utilizando un suavizante de agua. En este caso, la tolerancia al calcio ya no es importante y pueden utilizarse mezclas diferentes de aquellas tolerantes al calcio.

La tolerancia al calcio de la mezcla de tensioactivos se ensaya como sigue:

15 La mezcla tensioactiva en cuestión se prepara a una concentración de 0,7 gramos de sólidos tensioactivos por litro de agua que contiene suficientes iones calcio para dar una dureza de French de 40 ( $4 \times 10^{-3}$  Molar de  $\text{Ca}^{2+}$ ). Otros electrolitos libres de iones de dureza tales como cloruro sódico, sulfato sódico e hidróxido sódico se añaden a la solución para ajustar la fuerza iónica a 0,05 M y el pH a 10. La adsorción de la luz de longitud de onda de 540 nm a través de 4 mm de la muestra se mide 15 minutos después de la preparación de la muestra. Se realizan diez mediciones y se calcula un valor promedio. Las muestras que dan un valor de absorción de menos de 0,08 se consideran tolerantes al calcio.

Los Ejemplos de mezclas tensioactivas que satisfacen el ensayo anterior para la tolerancia al calcio incluyen aquellos que tienen una parte principal del tensioactivo LAS (que por sí mismo no es 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 utilizable con poco o ningún adyuvante de detergencia y para pasar el ensayo dado. Los co-tensioactivos tolerantes al calcio adecuados incluyen SLES 1-7EO y los tensioactivos no iónicos de etoxilato de alquilo, particularmente aquellos con puntos de fusión menores de 40 °C.

Una mezcla de tensioactivo LAS/SLES tiene un perfil de espuma superior a una mezcla de tensioactivo no iónico LAS y por lo tanto se prefiere para formulaciones de lavado de manos que requieren altos niveles de espuma. Pueden usarse SLES a niveles de hasta el 30 % en peso de la mezcla tensioactiva.

#### 30 Sales inorgánicas solubles en agua

Las sales inorgánicas solubles en agua se seleccionan preferentemente de carbonato sódico, cloruro sódico, silicato sódico y sulfato sódico o mezclas de los mismos, lo más preferentemente, del 70 al 100 % en peso de carbonato sódico del total de sales inorgánicas solubles en agua. La sal inorgánica soluble en agua está presente como un recubrimiento sobre la partícula. La sal inorgánica soluble en agua está preferentemente presente a un nivel que reduce la pegajosidad de la partícula de detergente para lavado de ropa hasta un punto donde las partículas están fluyendo libremente.

Se apreciará por aquellos expertos en la materia que mientras que los recubrimientos de capas múltiples, de los mismos o diferentes materiales de recubrimiento, podrían aplicarse, se prefiere una capa de recubrimiento única, para simplicidad de operación y para maximizar el espesor del recubrimiento. La cantidad de recubrimiento debe caer en el intervalo del 1 a 40 % en peso de la partícula, preferentemente del 20 al 40 % en peso, más preferentemente del 25 al 35 % en peso para los mejores resultados en términos de propiedades anti-formación de torta de las partículas de detergente.

El recubrimiento se aplica preferentemente a la superficie del núcleo del tensioactivo, mediante deposición a partir de una solución acuosa de la sal inorgánica soluble en agua. En una alternativa el recubrimiento puede realizarse usando una suspensión. La solución acuosa contiene preferentemente más de 50 g/l, más preferentemente 200 g/l de la sal. Un pulverizado acuoso de la solución de recubrimiento en un lecho fluidizado se ha descubierto que da buenos resultados y puede generar también un ligero redondeo de las partículas de detergente durante el procedimiento de fluidización. El secado y/o el enfriamiento pueden necesitarse para acabar el procedimiento.

50 Una partícula de detergente para lavado de ropa tolerante al calcio preferida comprende del 15 al 100 % en peso sobre el tensioactivo, de tensioactivo aniónico del cual 20 a 30 % en peso sobre el tensioactivo, es éter-sulfato de laurilo sódico.

#### COLORANTE

El colorante se añade a la suspensión de recubrimiento y se agita antes de la aplicación al núcleo de la partícula. La aplicación puede ser mediante cualquier procedimiento adecuado, preferentemente por pulverizado sobre la

partícula de núcleo como se detalla anteriormente.

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

Los colorantes para usar en la presente invención se unen covalentemente a 1 a 4 grupos sulfonato, preferentemente 1 a 2 grupos sulfonato.

- 5 El colorante adecuado puede seleccionarse de los colorantes ácidos y directos listados en el índice de color (Society of Dyers and Colourists y la American Association of Textile Chemists and Colorists). Preferentemente el colorante es un colorante ácido.

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

- 10 El colorante se selecciona preferentemente de aquellos que tienen: cromóforos de antraquinona; mono-azo; bis-azo; xanteno; ftalocianina; y de fenazina.

Más preferentemente el colorante se selecciona de aquellos que tienen: cromóforos de antraquinona; mono-azo; y, de fenazina. Más preferentemente el colorante se selecciona de cromóforos de antraquinona y fenazina.

- 15 Preferentemente, el colorante se selecciona de: 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 alimentario 1, negro alimentario 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, ftalocianinas de Al y Zn sulfonatadas.

- 20 El colorante es preferentemente un colorante de matiz para impartir una percepción de blancura a un material textil de lavado de ropa, preferentemente violeta ácido 50, violeta disolvente 13, violeta disperso 27, violeta disperso 28, un tiofeno alcoxilado o una fenazina catiónica como se describe en los documentos WO 2009/141172 y WO 2009/141173. Cuando está presente un colorante de matiz, está presente preferentemente un colorante verde adicional para desplazar el color de la partícula del violeta al azul-verde.

Puede usarse una combinación de colorantes.

El colorante está preferentemente presente en el recubrimiento como un aglomerado. Un aglomerado es una partícula distinta que contiene 4 o más moléculas de colorante. Cada aglomerado distinto consiste preferentemente de más de 16 moléculas de colorante.

- 30 La partícula de detergente para lavado de ropa recubierta

Preferentemente, la partícula de detergente para lavado de ropa recubierta comprende del 0 al 10 % en peso de agua, más preferentemente, del 1 al 5 % en peso de agua a 19,85 °C y 50 % de humedad relativa.

- 35 Preferentemente, la partícula de detergente para lavado de ropa recubierta comprende del 10 al 100 % en peso, más preferentemente del 50 al 100 % en peso, incluso más preferentemente del 80 al 100 % en peso, más preferentemente del 90 al 100 % en peso de una formulación de detergente para lavado de ropa en un paquete.

El paquete es aquel de una formulación comercial para la venta al público en general y está preferentemente en el intervalo de 0,01 kg a 5 kg, preferentemente de 0,02 kg a 2 kg, más preferentemente de 0,5 kg a 2 kg.

- 40 Preferentemente, la partícula de detergente para lavado de ropa recubierta es tal que al menos 90 al 100 % de las partículas de detergente para lavado de ropa recubiertas en las dimensiones x, z e y están dentro de un 20 %, preferentemente un 10 %, variable de la partícula de detergente para lavado de ropa recubierta de la más grande a la más pequeña.

Con respecto a las propiedades ópticas de la partícula detergente para lavado de ropa blanca, éstas se perciben como blancas pero con los siguientes parámetros  $L^* > 70$ ,  $a^*$  y  $b^*$  de -5 a +5, preferentemente  $b^*$  de -1 a +5, preferentemente  $a^*$  de -2 a +2.

- 45 Contenido de agua

La partícula comprende preferentemente del 0 al 15 % en peso de agua, más preferentemente del 0 al 10 % en peso, más preferentemente del 1 al 5 % en peso de agua. Esto facilita la estabilidad al almacenamiento de la partícula y sus propiedades mecánicas.

Otros complementos

- 50 Los complementos como se describe más adelante pueden estar presentes en el recubrimiento o en el núcleo. Estos

pueden estar en el núcleo o el recubrimiento.

#### Agente Fluorescente.

5 La partícula de detergente para lavado de ropa comprende preferentemente un agente fluorescente (abrillantador óptico). Los agentes fluorescentes se conocen bien y muchos de tales agentes fluorescentes están disponibles en el mercado. Normalmente, estos agentes fluorescentes se suministran y se usan en forma de sus sales de metal alcalino, por ejemplo, las sales de sodio. La cantidad total del agente o agentes fluorescentes utilizados en la composición es generalmente del 0,005 al 2 % en peso, más preferentemente del 0,01 al 0,1 % en peso. Los agentes fluorescentes adecuados para el uso en la presente invención se describen en el capítulo 7 de Industrial Dyes editado por K. Hunger 2003 Wiley-VCH ISBN 3-527-30426-6.

10 Los agentes fluorescentes preferidos se seleccionan de las clases de los 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 fluorescente está preferentemente sulfonato.

15 Las clases preferidas del agente fluorescente son: los compuestos de Di-estiril-bifenilo, por ejemplo, Tinopal (Marca Registrada) CBS-X, compuestos del ácido Di-amino-estilben-di-sulfónico, por ejemplo Tinopal DMS pure Xtra y Blankophor (Marca Registrada) HRH y compuestos de Pirazolina, por ejemplo, Blankophor SN. Los agentes fluorescentes preferidos son: 2-(4-estiril-3-sulfonil)-2H-naftol[1,2-d]triazol sódico, 4,4'-bis{[(4-anilino-6-(N-metil-N-2-hidroxi)etil)amino-1,3,5-triazin-2-il)]amino}estilben-2,2'-disulfonato disódico, 4,4'-bis{[(4-anilino-6-morfolino-1,3,5-triazin-2-il)]amino}estilben-2,2'-disulfonato disódico y 4,4'-bis(2-sulfoestiril)bifenilo disódico.

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

#### Perfume

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

Es algo común para una pluralidad de componentes de perfume que estén presentes en una formulación. En las composiciones de la presente invención se considera que existan cuatro o más, preferentemente cinco o más, más preferentemente seis o más o incluso siete o más componentes de perfume diferentes.

30 En las mezclas de perfume preferentemente del 15 al 25 % son notas altas. Las notas altas se definen por Poucher (Journal of the Society of Cosmetic Chemists 6(2):80 [1995]). Las notas altas preferidas se seleccionan de aceites cítricos, linalool, acetato de linalilo, lavanda, dihidromircenol, óxido de rosa y cis-3-hexanol.

Se prefiere que la partícula de detergente para lavado de ropa recubierta no contenga un blanqueador de peróxido, por ejemplo, percarbonato sódico, perborato sódico y perácido.

#### 35 Pigmentos

La partícula de detergente para lavado de ropa, recubierta, puede contener uno o más pigmentos orgánicos o inorgánicos, para proporcionar un color. El color es preferentemente diferente al colorante, de modo que con la disolución el licor es de un color diferente a la partícula detergente para lavado de ropa recubierta. Por ejemplo una partícula de detergente para lavado de ropa recubierta de color rojo con un pigmento y que contiene un colorante azul, para dar un color azul al licor. Los pigmentos inorgánicos adecuados se describen en Industrial Inorganic Pigments editado por G. Buxbaum y G. Pfaff (3ª edición Wiley-VCH 2005). Los pigmentos orgánicos adecuados se describen en Industrial Organic Pigments editado por W. Herbst y K. Hunger (3ª edición Wiley-VCH 2004). Los pigmentos se listan en el índice de color internacional © Society of Dyers and Colourists y la American Association of Textile Chemists and Colorists 2002.

45 Los pigmentos son partículas coloreadas, preferentemente tienen un tamaño de partícula primario de 0,02 a 10 µm, donde la distancia representa la dimensión más larga de la partícula primaria. El tamaño de partícula primaria es medido mediante microscopía electrónica de barrido. Más preferentemente los pigmentos orgánicos tienen un tamaño de partícula primario entre 0,02 y 0,2 µm.

50 Los pigmentos orgánicos se seleccionan preferentemente de los pigmentos monoazo, pigmentos de beta-naftol, pigmentos de naftol AS, pigmentos de bencimidazolona, pigmentos de complejos metálicos, pigmentos de isoindolinona e isoindolina, pigmentos de ftalocianina, pigmentos de quinacridona, pigmentos de perileno y perinona, pigmentos de dicetopirrol-pirrol, pigmentos tioindigo, pigmentos de cromóforos de antraquinona, pigmentos de antrapirimidina, pigmentos de flavantrona, pigmentos de antantrona, pigmentos de dioxazina y pigmentos de quinoftalona.

Los pigmentos preferidos son pigmento verde 8, pigmento azul 28, pigmento amarillo 1, pigmento amarillo 3, pigmento anaranjado 1, pigmento rojo 4, pigmento rojo 3, pigmento rojo 22, pigmento rojo 112, pigmento rojo 7, pigmento café 1, pigmento rojo 5, pigmento rojo 68, pigmento rojo 51, pigmento 53, pigmento rojo 53:1, pigmento rojo 49, pigmento rojo 49:1, pigmento rojo 49:2, pigmento rojo 49:3, pigmento rojo 64:1, pigmento rojo 57, pigmento rojo 57:1, pigmento rojo 48, pigmento rojo 63:1, pigmento amarillo 16, pigmento amarillo 12, pigmento amarillo 13, pigmento amarillo 83, pigmento anaranjado 13, pigmento violeta 23, pigmento rojo 83, pigmento azul 60, pigmento azul 64, pigmento anaranjado 43, pigmento azul 66, pigmento azul 63, pigmento violeta 36, pigmento violeta 19, pigmento rojo 122, pigmento azul 16, pigmento azul 15, pigmento azul 15:1, pigmento azul 15:2, pigmento azul 15:3, pigmento azul 15:4, pigmento azul 15:6, pigmento verde 7, pigmento verde 36, pigmento azul 29, pigmento verde 24, pigmento rojo 101:1, pigmento verde 17, pigmento verde 18, pigmento verde 14, pigmento café 6, pigmento azul 27 y pigmento violeta 16.

Los pigmentos están preferentemente presentes del 0,001 al 0,1 % en peso.

#### Polímeros

La composición puede comprender uno o más polímeros adicionales. Los ejemplos son carboximetilcelulosa, poli(etilenglicol), poli(alcohol vinílico), polietileniminas, polietileniminas etoxiladas, polímeros de poliéster solubles en agua, policarboxilatos tales como poliacrilatos, copolímeros de ácido maleico/acrílico y copolímeros de metacrilato de laurilo/ácido acrílico.

#### Enzimas

Una o más enzimas se prefieren presentes en una composición de la presente invención.

Preferentemente el nivel de cada enzima es del 0,0001 % en peso al 0,5 % en peso de proteína sobre el producto.

Las enzimas especialmente contempladas incluyen proteasas, alfa-amilasas, celulasas, lipasas, peroxidasa/oxidasas, liasas de pectato y mananasas, o mezclas de las mismas.

Las lipasas adecuadas incluyen aquellas de origen bacteriano o fúngico. Se incluyen los mutantes químicamente modificados o manipulados por ingeniería de proteínas. Los ejemplos de lipasas útiles incluyen lipasas de *Humicola* (sinónimo *Thermomyces*), por ejemplo de *H. lanuginosa* (*T. lanuginosus*) como se describe en los documentos EP 258.068 y EP 305.216 o de *H. insolens* como se describe en el documento WO 96/13580, una lipasa de *Pseudomonas*, por ejemplo de *P. alcaligenes* o *P. pseudoalcaligenes* (documento EP 218.272), *P. cepacia* (documento EP 331 376), *P. stutzeri* (documento GB 1.372.034), *P. fluorescens*, *Pseudomonas* sp. Cepa SD 705 (documentos WO 95/06720 y WO 96/27002), *P. wisconsinensis* (documento WO 96/12012), una lipasa de *Bacillus*, por ejemplo de *B. subtilis* (Dartois y col. (1993), *Biochemica et Biophysica Acta*, 1131, 253-360), *B. stearothermophilus* (documento JP 64/744992) o *B. pumilus* (documento WO 91/16422).

Otros ejemplos son variantes de lipasas tales como aquellos descritos en los documentos 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.

Las enzimas lipasas comercialmente disponibles preferidas incluyen Lipolase<sup>MR</sup> y Lipolase Ultra<sup>MR</sup>, Lipex<sup>MR</sup> (Novozymes A/S) y Lipoclean<sup>MR</sup>.

El procedimiento de la presente invención puede llevarse a cabo 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 hacia los fosfolípidos.

Los fosfolípidos, tal como la lecitina o la fosfatidilcolina, consisten de glicerol esterificado con dos ácidos grasos en una posición externa (sn-1) y posición intermedia (sn-2) y esterificados con ácido fosfórico en la tercera posición; el ácido fosfórico, a su vez, puede esterificarse en un aminoalcohol. Las fosfolipasas son enzimas que precipitan en la hidrólisis de los fosfolípidos. Varios tipos de actividad de fosfolipasa pueden distinguirse, incluyendo las fosfolipasas A<sub>1</sub> y A<sub>2</sub> que hidrolizan un grupo acilo graso (en la posición sn-1 y sn-2, respectivamente) para formar el lisofosfolípido, y la lisofosfolipasa (o fosfolipasa B) que puede hidrolizar el grupo acilo graso remanente en el lisofosfolípido. La fosfolipasa C y la fosfolipasa D (Fosfodiesterasas) liberan el diacilglicerol o el ácido fosfatídico respectivamente.

Las proteasas adecuadas incluyen aquellas de origen animal, vegetal o microbiano. Se prefiere las de origen microbiano. Se incluyen los mutantes modificados químicamente o modificados por ingeniería de proteínas. La proteasa puede ser una proteasa de serina o una metaloproteasa, preferentemente una proteasa microbiana alcalina o una proteasa similar a la tripsina. Las enzimas proteasas disponibles en el mercado preferidas incluyen Alcalase<sup>MR</sup>, Savinase<sup>MR</sup>, Primase<sup>MR</sup>, Duralase<sup>MR</sup>, Dyrzym<sup>MR</sup>, Esperase<sup>MR</sup>, Everlase<sup>MR</sup>, Polarzyme<sup>MR</sup>, y Kannase<sup>MR</sup> (Novozymes A/S), Maxatase<sup>MR</sup>, Maxacal<sup>MR</sup>, Maxapen<sup>MR</sup>, Properase<sup>MR</sup>, Purafect<sup>MR</sup>, Purafect OxP<sup>MR</sup>, FN2<sup>MR</sup> y FN3<sup>MR</sup> (Genencor International Inc.).

El procedimiento de la presente invención puede llevarse a cabo en presencia de cutinasa clasificada en EC 3.1.1.74. La cutinasa utilizada de acuerdo con la presente invención puede ser de cualquier origen. Preferentemente, las cutinasas son de origen microbiano, en particular de bacterias, de hongos o de levaduras.

5 Las amilasas adecuadas (alfa y/o beta) incluyen aquellas de origen bacteriano o fúngico. Se incluyen los mutantes químicamente modificados o manipulados por ingeniería de proteínas. Las amilasas incluyen, por ejemplo, las alfa-amilasas obtenidas de *Bacillus*, por ejemplo, una cepa especial de *B. licheniformis*, descrita con más detalle en el documento GB 1.296.839, o las cepas de *Bacillus* sp. descritas en los documentos WO 95/026397 o WO 00/0600060. Las amilasas disponibles en el mercado son Duramyl<sup>MR</sup>, Termamyl<sup>MR</sup>, Termamyl Ultra<sup>MR</sup>, Natalase<sup>MR</sup>, Stainzyme<sup>MR</sup>, Fungamyl<sup>MR</sup> y BAN<sup>MR</sup> (Novozymes A/S), Rapidase<sup>MR</sup> y Purastar<sup>MR</sup> (de Genencor International Inc.).

10 Las celulasas adecuadas incluyen aquellas de origen bacteriano o fúngico. Son incluidos los mutantes químicamente modificados o modificados por ingeniería de proteínas. Las celulasas adecuadas incluyen las celulasas de los géneros *Bacillus*, *Pseudomonas*, *Humicola*, *Fusarium*, *Thielavia*, *Acremonium*, por ejemplo, las celulasas fúngicas producidas a partir de *Humicola insolens*, *Thielavia terrestris*, *Mycellophthora thermophila*, y *Fusarium oxysporum* descritos en los Documentos 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 disponibles en el mercado incluyen Celluzyme<sup>MR</sup>, Carezyme<sup>MR</sup>, Endolase<sup>MR</sup>, Renozyme<sup>MR</sup> (Novozymes A/S), Clazinase<sup>MR</sup> y Puradax HA<sup>MR</sup> (Genencor International Inc.) y KAC-500(B)<sup>MR</sup> (Kao Corporation).

15 Las peroxidadas/oxidadas adecuadas incluyen aquellas de origen vegetal, bacteriano o fúngico. Se incluyen los mutantes químicamente modificados o manipulados por ingeniería de proteínas. Los ejemplos de peroxidadas útiles incluyen peroxidadas de *Coprinus*, por ejemplo de *C. cinereus*, y variantes de las mismas como se describe en los documentos WO 93/24618, WO 95/10602, y WO 98/15257. Las peroxidadas disponibles en el mercado incluyen Guardzyme<sup>MR</sup> y Novozym<sup>MR</sup> 51004 (Novozymes A/S).

Las enzimas adicionales adecuadas para usar se describen en los documentos WO2009/087524, WO2009/090576, WO2009/14983 y WO2008/007318.

#### 25 Estabilizadores de enzimas

Cualquier enzima presente en la composición puede estabilizarse utilizando 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 de borato aromático, o un derivado de ácido fenilborónico tal como el ácido 4-formilfenilborónico, y la composición puede formularse como se describe por ejemplo en los documentos WO 92/19709 y WO 92/19708.

Donde los grupos alquilo son suficientemente largos para formar cadenas ramificadas o cíclicas, los grupos alquilo abarcan las cadenas de alquilo ramificadas, cíclicas y lineales. Los grupos alquilo son preferentemente lineales o ramificados, más preferentemente lineales.

35 El artículo indefinido "un", "uno" o "una" y su artículo definido correspondiente "el" y "la" como se usan en el presente documento significan al menos uno, o uno o más, salvo que se indique de otra manera. El singular abarca el plural a no ser que se especifique de otro modo.

Los secuestrantes pueden estar presentes en las partículas de detergente para lavado de ropa.

Se prefiere que la partícula de detergente para lavado de ropa tenga una proporción de núcleo a recubrimiento de 3 a 1:1, más preferentemente de 2,5 a 1,5:1; la proporción óptima del núcleo al recubrimiento es de 2:1.

#### 40 EXPERIMENTAL

LAS se refiere al alquilbencensulfonato lineal. PAS se refiere al sulfato de alquilo primario. NI se refiere a un tensoactivo no iónico de alcohol etoxilado que tiene un promedio de 30 unidades etoxiladas y una cadena de alquilo de C12 a 14. Específicamente, se usaron los siguientes LAS - UFASAN 65 de Unger, PAS - Stepanol CFAS70 de Stepan y NI - Leutensol AO 30 de BASF.

#### 45 **Ejemplo 1: (fabricación de partículas)**

La partícula de detergente para lavado de ropa de dos colores se creó conteniendo Violeta Ácido 50 tal que:

La Partícula 1 contiene Violeta Ácido 50 en el núcleo (referencia)

La Partícula 2 contiene Violeta Ácido 50 en un recubrimiento de carbonato

50 Las partículas fueron elipsoides con polos achatados que tenían las siguientes dimensiones  $x = 1,1$  mm y  $y = 4,0$  mm  $z = 5,0$  mm.

Las partículas pesaban ~0,013 g cada una.



La partícula 1 parecía violeta a simple vista, la partícula 2 parecía blanquecina a simple vista.

Preparación del núcleo de la partícula 1

5 1962,5 g de la mezcla de tensioactivos molida seca (LAS/PAS/NI 68/17/15 en peso) se mezcló exhaustivamente con 37,38 g de aceite de perfume y 0,124 g de colorante violeta ácido 50. La mezcla se extruyó después utilizando un extrusor de husillo gemelo ThermoFisher 24HC, funcionando a una velocidad de 8 kg/h. La temperatura de entrada del extrusor se ajustó a 20 °C, elevándose hasta 40 °C justo antes de la placa de matriz. La placa de matriz utilizada se perforó con 6 orificios circulares de 5 mm de diámetro.

El producto extruido se cortó después de la placa de matriz utilizando un cortador de alta velocidad ajustado para producir partículas con un espesor de aproximadamente 1,1 mm.

10 Recubrimiento de Partícula 1

764 g de los extruidos anteriores se cargaron a la cámara de fluidización de un secador de lecho fluidizado para laboratorio Strea 1 (Aeromatic-Fielder AG) y se recubrió por pulverizado utilizando 1069 g de una solución que contenía 320,7 g de carbonato de sodio en 748,3 g de agua, utilizando una configuración de pulverizador superior.

15 La solución de recubrimiento se suministró a la boquilla de pulverizado del aparato Strea 1 a través de una bomba peristáltica (Watson-Marlow modelo 101U/R) a una velocidad inicial de 3,3 g/minuto, elevándose hasta 9,1 g/minuto durante el transcurso de la prueba de recubrimiento.

El recubridor de lecho fluido se hizo funcionar con una temperatura de aire de entrada inicial de 55 °C aumentándose hasta 90 °C durante el transcurso de la prueba de recubrimiento mientras que se mantenía la temperatura de salida en el intervalo de 45-50 °C a lo largo de todo el procedimiento de recubrimiento.

20 Preparación del núcleo de la Partícula 2

25 1962,9 g de la mezcla de tensioactivos molida, secada (LAS/PAS/NI 68/17/15 en peso) se mezcló con 37,38 g de aceite de perfume y la mezcla se extruyó utilizando un extrusor de husillo gemelo ThermoFisher 24HC, funcionando a una velocidad de 8 kg/h. La temperatura de entrada del extrusor se ajustó a 20 °C, elevándose hasta 40 °C justo antes de la placa de matriz. La placa de matriz utilizada estaba perforada con 6 orificios circulares de 5 mm de diámetro.

El producto extruido se cortó después de la placa de matriz utilizando un cortador de alta velocidad ajustado para producir partículas con un espesor de aproximadamente 1.1 mm.

Recubrimiento de Partícula 2

30 715 g de los extruidos anteriores se cargaron a la cámara de fluidización de un secador de lecho fluidizado para laboratorio Strea 1 (Aeromatic-Fielder AG) y se recubrieron por pulverizado utilizando 1000 g de una solución que contenía 300 g de carbonato de sodio en 0,09 g de Violeta Ácido 50 y 669,91 g de agua utilizando una configuración de aspersión superior.

35 La solución de recubrimiento se suministró a la boquilla de aspersión del aparato Strea 1 a través de una bomba peristáltica (Watson-Marlow modelo 101U/R) a una velocidad inicial de 2,7 g/min, elevándose hasta 25 g/min durante el transcurso de la prueba de recubrimiento.

El recubridor de lecho fluido se hizo funcionar con una temperatura de aire de entrada inicial de 60 °C aumentándose hasta 75 °C durante el transcurso de la prueba de recubrimiento, mientras que se mantenía la temperatura de salida en el intervalo de 47-52 °C a lo largo de todo el procedimiento de recubrimiento.

**Ejemplo 2: (Color de partícula de detergente para lavado de ropa recubierta)**

40 El color de las partículas del ejemplo 1 se midió utilizando un reflectómetro (excluido de UV) y expresado como el valor CIE L\*a\*b\*. Los resultados se muestran a continuación:

	L*	a*	b*
Partícula 1: Colorante en el Núcleo (Referencia)	76,2	2,9	-7,9
Partícula 2: Colorante en el Recubrimiento	85,8	0,5	4,4
L* es la luminosidad, conforme los objetos se colorean L* disminuye a* es el eje rojo-verde con los valores +ve que indican un color rojo y -ve un color verde b* es el eje amarillo-azul, con los valores de +ve que indican un color amarillo y -ve un color azul.			

La Partícula 1 es claramente violeta con un valor b\* negativo.

La Partícula 2 es de un color ligeramente amarillo-blanco. El carácter amarillo viene del color ligeramente amarillo de los tensioactivos.

**Ejemplo 3: (Colorante en el Recubrimiento - 2da composición que incluye polímeros y otros ingredientes menores en el núcleo)**

5 Preparación del núcleo de Partícula 3

1000 g de la mezcla tensioactiva molida secada (LAS/PAS/NI 68/17/15 en peso) se mezcló exhaustivamente con 35 g de la sal tetrasódica del ácido 1-hidroxietiliden-1,1-difosfónico (Dequest 2016D de ThermPhos), 50 g de polímero (Texcare SRA 300 F de Clariant) y 140 g de ácido cítrico anhidro granular (tamaño de partícula 250 - 710 micrómetros). La mezcla se extruyó después utilizando un extrusor de husillo gemelo ThermoFisher 24HC, funcionando a una velocidad de 8 kg/h. La temperatura de entrada del extrusor se ajustó a 20 °C, elevándose hasta 40 °C justo antes de la placa de matriz. La placa de matriz utilizada estaba perforada con 6 orificios circulares de 5 mm de diámetro.

El producto extruido fue cortado después de la placa de matriz utilizando un cortador de alta velocidad ajustado para producir partículas con un espesor de ~ 1,1 mm.

15 Recubrimiento de la Partícula 3

750 g de los extruidos anteriores se cargaron a la cámara de fluidización de un secador de lecho fluidizado para laboratorio Strea 1 (Aeromatic-Fielder AG) y se recubrieron por pulverizado utilizando 1050 g de una solución que contenía 315 g de carbonato de sodio en 0,095 g de Violeta ácido 50 y 734,91 g de agua utilizando una configuración de pulverizado superior.

20 La solución de recubrimiento se suministró a la boquilla de pulverizado del aparato Strea 1 por medio de una bomba peristáltica (Watson-Marlow modelo 101 U/R) a una velocidad inicial de 4,7 g/min, elevándose hasta 30 g/min durante el transcurso de la prueba de recubrimiento.

25 El recubridor de lecho fluidizado se hizo funcionar a una temperatura de aire de entrada inicial de 55 °C, aumentándose hasta 72 °C durante el transcurso de la prueba de recubrimiento, mientras que se mantenía la temperatura de salida en el intervalo de 47-49 °C a lo largo de todo el procedimiento de recubrimiento.

La Partícula 3 parecía blanca a simple vista.

El color de las partículas del ejemplo se midió utilizando un reflectómetro (excluido de UV) y se expresó como el valor CIE L\*a\*b\*. Los resultados se muestran a continuación

	L*	a*	b*
Partícula 3	90,15	-0,18	3,39

30 **Ejemplo 4: (Color del licor de lavado)**

2,04 g de la Partícula 2 y 2,25 de la Partícula 1 se disolvieron separadamente en 100 ml de agua desmineralizada. Las soluciones se centrifugaron durante 15 minutos a 11000 RPM y el color del líquido se midió en un espectrómetro de absorción de UV-VIS. Ambos líquidos parecían violeta a simple vista.

35 El espectro de UV-VIS dio el espectro del Violeta ácido 50 para ambas soluciones con una absorción máxima a 570 nm. Las densidades ópticas se dan en la tabla a continuación

	Densidad óptica (5 cm) a 570 nm
Partícula 1: Colorante en el Núcleo (Referencia)	0,175
Partícula 2: Colorante en el Recubrimiento	0,155

Ambas partículas dan efectivamente Violeta ácido 50 a la solución.

**Ejemplo 5: (Tinción)**

40 25 g de cada partícula se dispersaron sobre una pieza de 20 por 20 cm de algodón tejido blanco que se sumergió en 500 ml de agua desmineralizada de tal manera que la tela se cubrió con 2 cm de agua. Las partículas se dejaron durante 40 minutos y después la tela se lavó, se enjuagó y se secó. El número de tinciones sobre cada tela fue contado y se calculó el porcentaje de tinción. El porcentaje de tinción es la fracción de partículas que da origen a las tinciones:

$$\% \text{ de tinción} = 100 \times (\text{número de tinciones})/(\text{número de partículas})$$

Los resultados se dan en la tabla siguiente:

	% de manchas
Partícula 1: Colorante en el Núcleo (Referencia)	12
Partícula 2: Colorante en el Recubrimiento	4

Sorprendentemente las partículas muestran muy baja tinción. Sorprendentemente la partícula con el colorante en el recubrimiento muestra la tinción más baja.

### 5 Ejemplo 6: (fabricación de partículas)

Se crearon tres partículas de detergente para lavado de ropa recubiertas coloreadas que contenían el colorante Azul ácido 80 monosulfatado, tales como:

La Partícula 3 contenía Azul ácido 80 en el núcleo (referencia) sin perfume

La Partícula 4 contenía Azul ácido 80 en un recubrimiento de carbonato

10 La Partícula 5 contenía Azul ácido 80 en un recubrimiento de carbonato sin perfume

Las partículas fueron elipsoides con polos achatados que tenían la siguiente dimensión  $x = 1,1$  mm,  $y = 4,0$  mm,  $z = 5,0$  mm.

La partículas pesaron  $\sim 0,013$  g cada una.

#### Preparación del núcleo de la partícula 3

15 2000 g de la mezcla de tensioactivo molida seca (LAS/PAS/NI 68/17/15 en peso) se mezcló exhaustivamente con 0,124 g de colorante Azul ácido 80. La mezcla se extruyó después utilizando un extrusor de husillo gemelo ThermoFisher 24HC, funcionando a una velocidad de 8 kg/h. La temperatura de entrada del extrusor se ajustó a 20 °C, elevándose hasta 40 °C justo antes de la placa de matriz. La placa de matriz utilizada estaba perforada con 6 orificios circulares de 5 mm de diámetro.

20 El producto extruido se cortó después de la placa de matriz utilizando un cortador de alta velocidad ajustado para producir partículas con un espesor de  $\sim 1,1$  mm.

#### Recubrimiento de la Partícula 3

25 764 g de los extruidos anteriores se cargaron a la cámara de fluidización de un secador de lecho fluidizado para laboratorio Strea 1 (Aeromatic-Fielder AG) y se recubrieron por pulverizado utilizando 1069 g de una solución que contenía 320,7 g de carbonato de sodio en 748,3 g de agua, utilizando una configuración de pulverizado superior.

La solución de recubrimiento se suministró a la boquilla de pulverizado del aparato Strea 1 vía una bomba peristáltica (Watson-Marlow modelo 101 U/R) a una velocidad inicial de 3,3 g/minuto, elevándose hasta 9,1 g/minuto durante el transcurso de la prueba de recubrimiento.

30 El recubridor de lecho fluidizado se hizo funcionar a una temperatura de aire inicial de entrada de 55 °C, aumentándose hasta 90 °C durante el transcurso de la prueba de recubrimiento, mientras que se mantenía la temperatura de salida en el intervalo de 45-50 °C a lo largo de todo el procedimiento de recubrimiento.

#### Preparación del núcleo de la Partícula 4

35 1962,9 g de la mezcla de tensioactivo molida seca (LAS/PAS/NI 68/17/15 en peso) se mezclaron con 37,38 g de aceite de perfume y la mezcla se extruyó utilizando un extrusor de husillo gemelo ThermoFisher 24HC, funcionando a una velocidad de 8 kg/h. La temperatura de entrada del extrusor se extruyó a 20 °C, elevándose a 40 °C justo antes de la placa de matriz. La placa de matriz utilizada estaba perforada con 6 orificios circulares de 5 mm de diámetro.

El producto extruido se cortó después de la placa de matriz utilizando un cortador de alta velocidad ajustado para producir partículas con un espesor de  $\sim 1,1$  mm.

#### 40 Recubrimiento de la Partícula 4

715 g de los extruidos anteriores se cargaron a la cámara de fluidización de un secador de lecho fluidizado para laboratorio Strea 1 (Aeromatic-Fielder AG) y se recubrieron por pulverizado utilizando 1000 g de una solución que contenía 300 g de carbonato de sodio en 0,09 de Azul ácido 80 y 669,91 g de agua, utilizando una configuración de pulverizado superior.

45 La solución de recubrimiento se suministró a la boquilla de pulverizado del aparato Strea 1 a través de una bomba

peristáltica (Watson-Marlow modelo 101U/R) a una velocidad inicial de 2,7 g/min, elevándose hasta 25 g/min durante el transcurso de la prueba de recubrimiento.

5 El recubridor de lecho fluidizado se hizo funcionar a una temperatura de aire de entrada inicial de 60 °C, aumentándose hasta 75 °C durante el curso de la prueba de recubrimiento mientras que se mantenía la temperatura de salida en el intervalo de 47-52 °C a lo largo de todo el procedimiento de recubrimiento.

Preparación del núcleo de la Partícula 5

10 2000 g de la mezcla de tensioactivos molida seca (LAS/PAS/NI 68/17/15 en peso) se extruyó utilizando un extrusor de husillo gemelo ThermoFisher 24HC funcionando a una velocidad de 8 kg/h. La temperatura de entrada del extrusor se ajustó a 20°C, elevándose hasta 40 °C justo antes de la placa de matriz. La placa de matriz utilizada estaba perforada con 6 orificios circulares de 5 mm de diámetro.

El producto extruido se cortó después de la placa de matriz utilizando un cortador de alta velocidad ajustado para producir partículas con un espesor de aproximadamente 1,1 mm.

Recubrimiento de la Partícula 5

15 715 g de los extruidos anteriores se cargaron a la cámara de fluidización de un secador de lecho fluidizado para laboratorio Strea 1 (Aeromatic-Fielder AG) y se recubrieron por pulverizado utilizando 1000 g de una solución que contenía 300 g de carbonato de sodio en 0,09 g de Azul Ácido 80 y 669,91 g de agua utilizando una configuración de pulverizado superior.

20 La solución de recubrimiento se suministró a la boquilla de pulverizado del aparato Strea 1 por medio de una bomba peristáltica (Watson-Marlow modelo 101U/R) a una velocidad inicial de 2.7 g/min, elevándose hasta 25 g/min durante el transcurso de la prueba de recubrimiento.

El recubridor de lecho fluidizado se hizo funcionar con una temperatura de aire de entrada inicial de 60 °C, aumentándose hasta 75 °C durante el curso de la prueba de recubrimiento, mientras que se mantenía la temperatura de salida en el intervalo de 47-52 °C a lo largo de todo el procedimiento de recubrimiento.

**Ejemplo 7: (Color de la partícula de detergente para lavado de ropa recubierta)**

25 El color de las partículas del ejemplo 1 se midió utilizando un reflectómetro (excluido de UV) y se expresó como el valor CIE L\*a\*b . Los resultados se muestran a continuación:

	L*	a*	b*
Partícula 3: Colorante en el Núcleo (Referencia)	87,8	-4,9	-2,1
Partícula 4: Colorante en el Recubrimiento con perfume	91,0	-1,6	2,9
Partícula 5: Colorante en el Recubrimiento	90,4	-1,8	3,3
L* es la luminosidad, conforme los objetos se colorean L* disminuye a* es el eje rojo-verde con los valores +ve que indican un color rojo y -ve un color verde b* es el eje amarillo-azul, con los valores de +ve que indican un color amarillo y -ve un color azul.			

La Partícula 3 es claramente de color azul-verde con un valor a\* y b\* negativos.

30 Las Partículas 4 y 5 son de un color ligeramente amarillo-blanco. El color amarillento viene del color ligeramente amarillo de los tensioactivos.

**REIVINDICACIONES**

1. Una partícula de detergente recubierta que tiene dimensiones perpendiculares x, z e y, en la que x es de 1 a 2 mm, y es de 2 a 8 mm y z es de 2 a 8 mm, en la que la partícula comprende:
- 5 (i) del 40 al 90 % en peso de tensioactivo seleccionado de: tensioactivo aniónico; y tensioactivo no iónico;  
(ii) del 1 al 40 % en peso de sales inorgánicas solubles en agua; y,  
(iii) del 0,0001 al 0,1% en peso del colorante, en el que el colorante está unido covalentemente a 1 a 4 grupos sulfonato,
- en la que las sales inorgánicas y el colorante están presentes en la partícula de detergente como un recubrimiento y el tensioactivo está presente como un núcleo.
- 10 2. Una partícula de detergente recubierta de acuerdo con la reivindicación 1, en la que el colorante es un colorante ácido.
3. Una partícula de detergente recubierta de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, en la que el colorante se selecciona de aquellos que tienen: cromóforos de antraquinona; mono-azo; bis-azo; xanteno; ftalocianina; y fenazina.
- 15 4. Una partícula de detergente recubierta de acuerdo con la reivindicación 3, en la que el colorante se selecciona de aquellos que tienen: cromóforos de antraquinona; mono-azo; y fenazina.
5. Una partícula de detergente recubierta de acuerdo con la reivindicación 1, en la que el colorante se selecciona de: 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 alimentación 1, negro de alimentación 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, ftalocianinas de aluminio y zinc sulfonatadas.
- 20 6. Una partícula de detergente recubierta de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que las sales inorgánicas actúan como un adyuvante de detergencia.
- 25 7. Una partícula de detergente recubierta de acuerdo con la reivindicación 6, en la que las sales inorgánicas comprenden carbonato sódico.
8. Una partícula de detergente recubierta de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que el tensioactivo total de la partícula de detergente recubierta comprende del 15 al 85 % en peso de tensioactivo aniónico y del 5 al 75 % en peso de tensioactivo no iónico.
- 30 9. Una partícula de detergente recubierta de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que el tensioactivo aniónico se selecciona de bencensulfonatos de alquilo; étersulfatos de alquilo; sulfatos de alquilo.
10. Una partícula de detergente recubierta de acuerdo con la reivindicación 9, en la que el tensioactivo aniónico se selecciona de étersulfato de laurilo sódico con 1 a 3 grupos etoxi, bencensulfonatos de alquilo C<sub>10</sub> a C<sub>15</sub> de sodio y sulfatos de alquilo C<sub>12</sub> a C<sub>18</sub> de sodio.
- 35 11. Una partícula de detergente recubierta de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que el tensioactivo no iónico es un tensioactivo no iónico de 10 a 50 EO.
12. Una partícula de detergente recubierta de acuerdo con la reivindicación 11, en la que el tensioactivo no iónico es el producto de condensación de los alcoholes lineales o ramificados primarios o secundarios alifáticos C<sub>8</sub> a C<sub>18</sub> con 20 a 35 grupos óxido de etileno.
- 40 13. Una partícula de detergente recubierta de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que la partícula de detergente recubierta comprende del 20 al 40 % en peso de sales aditivas como un recubrimiento.
14. Una partícula de detergente recubierta de acuerdo con la reivindicación 13, en la que la partícula de detergente recubierta comprende del 25 al 35 % en peso de sales aditivas inorgánicas como un recubrimiento.
- 45 15. Una partícula de detergente recubierta de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que la partícula de detergente recubierta comprende del 0 al 15 % en peso de agua.
16. Una partícula de detergente recubierta de acuerdo con la reivindicación 15, en la que la partícula comprende del 1 al 5 % en peso de agua.

17. Una partícula de detergente recubierta de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que la partícula de detergente recubierta comprende del 10 al 100 % en peso de una formulación detergente en un paquete.

5 18. Una partícula de detergente recubierta de acuerdo con la reivindicación 17, en la que la partícula de detergente recubierta comprende del 50 al 100 % en peso de una formulación detergente en un paquete.

19. Una partícula de detergente recubierta de acuerdo con la reivindicación 18, en la que la partícula de detergente recubierta comprende del 80 al 100 % en peso de una formulación detergente en un paquete.