

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 614 037**

51 Int. Cl.:

C11D 1/02 (2006.01)

C11D 1/66 (2006.01)

C11D 3/10 (2006.01)

C11D 17/00 (2006.01)

C11D 3/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **20.09.2013 PCT/EP2013/069643**

87 Fecha y número de publicación internacional: **03.04.2014 WO14048857**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **20.09.2013 E 13765745 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **02.11.2016 EP 2900799**

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

30 Prioridad:

25.09.2012 EP 12185831

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

29.05.2017

73 Titular/es:

UNILEVER N.V. (100.0%)

Weena 455

3013 AL Rotterdam, NL

72 Inventor/es:

OSLER, JONATHAN y

THORLEY, DAVID, CHRISTOPHER

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 614 037 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

La presente invención se refiere a partículas grandes de detergente para lavado de ropa.

5 Antecedentes de la invención

El documento WO 2012/049178 divulga la incorporación de silicato de sodio a un revestimiento de carbonato de partícula grande de detergente. El silicato de sodio se divulga como reductor de la entrada de agua en el núcleo del tensioactivo de la partícula grande de detergente.

Sumario de la invención

10 Los inventores han encontrado que por medio de la incorporación de calcita en un núcleo de tensioactivo de una partícula grande de detergente revestida con carbonato se contribuye a la longevidad de la integridad de la partícula cuando se expone la partícula a condiciones atmosféricas. Las partículas conservan una capacidad para fluir desde el envase mejor que partículas similares que no tienen calcita en forma de polvo en el núcleo.

15 En un aspecto, la presente invención proporciona una partícula de detergente revestida que tiene dimensiones perpendiculares x, y, y z, en la que x es de 0,5 a 2 mm, y es de 2 a 8 mm y z es de 2 a 8 mm, en las que la partícula comprende:

- (i) de un 20 a un 39 % en peso de un tensioactivo seleccionado entre: tensioactivos aniónicos y no iónicos;
- (ii) de un 10 a un 40 % en peso de un revestimiento de sal inorgánica seleccionada entre: carbonato de sodio y/o sulfato de sodio, de del cual al menos un 5 % en peso de la sal inorgánica es carbonato de sodio; y
- 20 (iii) de un 10 a un 40 % en peso de calcita que tiene un diámetro medio de tamaño de partícula mediano (D50) dentro del intervalo de un 10 a un 70 micrómetros, y en el que las sales inorgánicas están presentes sobre la partícula de detergente en forma de revestimiento y el tensioactivo está presente como núcleo con la calcita dispersada en el núcleo.

A menos que se especifique todos los % en peso se refieren al porcentaje total en la partícula como pesos secos.

25 Descripción detallada de la invención**FORMA**

Preferentemente, la partícula de detergente revestida para lavado de ropa tiene forma curvada.

La partícula de detergente revestida para lavado de ropa puede ser lenticular (con forma de lenteja seca completa), elipsoide achatado, en la que z e y son los diámetros ecuatoriales y x es el diámetro polar; preferentemente y = z.

30 La partícula de detergente revestida para lavado de ropa puede tener forma de disco.

Preferentemente, la partícula de detergente revestida para lavado de ropa no tiene orificio; es decir, la partícula de detergente revestida para lavado de ropa no tiene un conducto que pasa a través del núcleo, es decir, la partícula de detergente revestida para lavado de ropa tiene un género topológico de cero.

NÚCLEO

35 El núcleo comprende calcita y tensioactivo.

Tensioactivo

En general, se pueden escoger tensioactivos no iónicos y aniónicos del sistema de tensioactivos a partir de 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 actual de "McCutcheon's Emulsifiers and Detergents" publicado por Manufacturing Company o en "Tenside-Taschenbuch", H. Stache, 2ª edición, Carl Hauser Verlag, 1981. Preferentemente, se usan los tensioactivos saturados.

Tensioactivos Aniónicos

45 Los compuestos de detergente aniónico apropiado que se pueden usar son normalmente sales de metal alcalino solubles en agua de sulfatos orgánicos y sulfonatos que tienen radicales alquilo que contienen de aproximadamente 8 a aproximadamente 22 átomos de carbono, usándose el término alquilo para incluir la parte de alquilo de radicales de acilo superiores. Los ejemplos de compuestos apropiados de detergente aniónico sintético son alquil sulfato de sodio y potasio, especialmente los obtenidos por medio de sulfatación de alcoholes C₈ a C₁₈ superiores, producidos por ejemplo a partir de sebo y aceite de coco, alquil C₉ a C₂₀ benceno sulfonatos de sodio y potasio, en particular

alquil C₁₀ a C₁₅ benceno sulfonatos de sodio lineales y secundarios; y alquil gliceril éter sulfatos de sodio, especialmente los éteres de alcoholes superiores procedentes de sebo o aceite de coco y alcoholes sintéticos procedentes de petróleo. La mayoría de los tensioactivos aniónicos preferidos son lauril éter sulfato de sodio (SLES), de forma particularmente preferida con 1 a 3 grupos etoxi, alquil C₁₀ a C₁₅ benceno sulfonatos de sodio y alquilo C₁₂ a C₁₈ sulfatos de sodio. También son aplicables tensioactivos tales como los descritos en el documento EP-A-328 177 (Unilever), que muestran resistencia a la pérdida de sal, los tensioactivos de alquilo poliglicósido descritos en el documento EP-A-070 074 y alquil monoglicósidos. Las cadenas de tensioactivos pueden ser ramificadas o lineales.

También pueden estar presentes jabones. El jabón de ácido graso usado preferentemente contiene de aproximadamente 16 a aproximadamente 22 átomos de carbono, preferentemente en una configuración de cadena lineal. La contribución aniónica procedente del jabón es preferentemente de un 0 a un 30 % en peso del aniónico total.

Tensioactivos No Iónicos

Los compuestos apropiados de detergente no iónico que se pueden usar incluyen, en particular, los productos de 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 alquileo, especialmente óxido de etileno ya sea solo o con óxido de propileno. Los compuestos de detergente preferidos son condensador de alquil C₆ a C₂₂ fenol-óxido de etileno, generalmente de 5 a 25 EO, es decir de 5 a 25 unidades de óxido de etileno por molécula, y los productos de condensación de alcoholes C₈ a C₁₈ primarios o secundarios lineales o ramificados con óxido de etileno, generalmente de 5 a 50 EO. Preferentemente, el no iónico es de 10 a 50 EO, más preferentemente de 20 a 35 EO. Los etoxilatos de alquilo son particularmente preferidos.

Preferentemente, todos los tensioactivos se mezclan juntos antes del secado. Se puede usar el equipamiento de mezcla convencional. El núcleo de tensioactivo de la partícula de detergente para lavado de ropa se puede formar por medio de extrusión o compactación en rodillos y posteriormente se puede revestir con una sal inorgánica.

Calcita

La calcita se encuentra comercialmente disponible en Omya pero el polvo de calcita de distribución de tamaño diferente se encuentra ampliamente disponible. El tamaño de partícula de la calcita se mide usando una técnica de difracción láser para determinar el diámetro mediando de tamaño de partícula medio (D50). El D50 es el tamaño en micrómetros que separa la distribución con la mitad por encima y la mitad por debajo de este diámetro; D50 también se denomina la mediana.

El D50, la mediana, se ha definido anteriormente como el diámetro en el que la mitad de la población se encuentra por debajo de este valor. Similarmemente, 90 por ciento de la distribución se encuentra por debajo de D90, y 10 por ciento de la población se encuentra por debajo de D10.

La técnica de difracción por láser usada para medir D50 fue Sympatec Helos (H1438) y Rodos. La calcita usada fue calcita Omya 40 y calcita Omya 5.

Se examinó el tamaño de la calcita Omya 40 y se encontró que tenía la siguiente distribución de tamaño de diámetro 10 % (1,93 micrómetros), distribución de 50 % (24,01 micrómetros) y distribución de 90 % (70,08 micrómetros).

El tamaño de la calcita Omya 5 se examinó y se encontró que tenía la siguiente distribución de tamaño de diámetro 10 % (0,70 micrómetros), distribución 50 % (4,22 micrómetros) y distribución 90 % (14,88 micrómetros).

Revestimiento

Sales Inorgánicas

La sal inorgánica soluble en agua está presente en forma de revestimiento sobre la partícula. La sal inorgánica soluble en agua está preferentemente presente en un nivel que reduce la adhesividad de la partícula de detergente para lavado de ropa hasta un punto en el que las partículas fluyen con libertad.

Los expertos en la técnica apreciarán que aunque se podrían aplicar revestimientos múltiples en forma de capas, de los mismos materiales de revestimiento o diferentes, se prefiere una capa de revestimiento individual, por simplicidad de operación, y para maximizar el espesor del revestimiento.

El revestimiento se aplica preferentemente a la superficie del núcleo de tensioactivo, por medio de deposición a partir de una solución acuosa de la sal inorgánica soluble en agua. En la alternativa, el revestimiento se puede llevar a cabo usando una suspensión. Preferentemente, la solución acuosa contiene más de 50 g/l, más preferentemente 200 g/l de sal. Se ha encontrado que una pulverización acuosa de la solución de revestimiento en un lecho fluidizado proporciona buenos resultados y puede también generar un ligero redondeo de las partículas de detergente durante el procedimiento de fluidización. El secado y/o el enfriamiento pueden ser necesarios para concluir el procedimiento.

Partícula de detergente revestida para lavado de ropa

5 Preferentemente, la partícula de detergente revestida para lavado de ropa comprende de un 10 a un 100 % en peso, más preferentemente de un 50 a un 100 % en peso de una formulación de detergente para lavado de ropa en un envase. El envase es el de una formulación comercial para venta al público general y está preferentemente dentro del intervalo de 0,01 kg a 5 kg, preferentemente de 0,02 kg a 2 kg, del modo más preferido de 0,5 kg a 2 kg.

Preferentemente, la partícula de detergente revestida para lavado de ropa es tal que al menos de un 90 a un 100 % de las partículas de detergente revestidas para lavado de ropa en las dimensiones x, y, y z están dentro de un 20 %, preferentemente un 10 %, variable desde la partícula de detergente revestida para lavado de ropa de mayor tamaño a la de menos tamaño.

10 Contenido de agua

Preferentemente, la partícula comprende de un 0 a un 15 % en peso, más preferentemente de un 0 a un 10 % en peso, del modo más preferido de un 1 a un 5 % en peso de agua, a 293K Y 50 % de humedad relativa. Esto facilita la estabilidad de almacenamiento de la partícula y sus propiedades mecánicas.

Otros complementos

15 Los complementos, tal y como se describen a continuación, pueden estar presentes en el revestimiento o en el núcleo. Estos pueden estar en el núcleo o el revestimiento.

Agente fluorescente

20 Preferentemente, la partícula de detergente revestida para lavado de ropa comprende un agente de fluorescente (abrillantador óptico). Los agentes fluorescentes se conocen bien y muchos de dichos agentes fluorescentes se encuentran disponibles a nivel comercial. Normalmente, estos agentes fluorescentes se suministran y se usan en forma de sus sales de metal alcalino, por ejemplo, sales de sodio. La cantidad total del agente fluorescente o agentes usados en la composición es generalmente de un 0,005 a un 2 % en peso, más preferentemente de un 0,01 a un 0,1 % en peso. El agente fluorescente apropiado para uso en la invención se describe en el capítulo 7 de Industrial Pigments editado por K. Hunger 2003 Wiley-VCH ISBN 3-527-30426-6.

25 Los agentes fluorescentes preferidos están seleccionados entre las clases de diestirilbifenilos, triazinilaminoestilbeno, bis(1,2,3-triazol-2-il)estilbenos, bis(venzo[b]furan-2-il)bifenilos, 1,3-difenil-2-pirazolininas y cumarinas. El agente fluorescente está preferentemente sulfonado.

30 Las clases preferidas de agente fluorescente son: compuestos de D-estiril-bifenilo, por ejemplo, Tinopal (Marca Comercial) CBS-X, compuestos de ácido di-amino estilben di-sulfónico, por ejemplo, Tinopal DMS pure Xtra y Blankophor (Marca Comercial) y compuestos de pirazolina, por ejemplo, Blankophor SN. Los agentes fluorescentes preferidos son: 2(4-estiril-3-sulfofenil)-2H-naftol[1,2-d]triazol de sodio, 4,4'-bis{[(4-anilino-6-(N-metil-N-2-hidroxietil)amino 1,3,5-triazin-2-il)]amino}estilben-2,2'-disulfonato de disodio, 4,4'-bis{[(4-anilino-6-morfolino-1,3,5-triazin-2-il)]amino}estilben-2,2'-disulfonato de disodio y 4,4'-bis(2-sulfoestiril)bifenilo de disodio.

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

Perfume

40 Preferentemente, la composición comprende un perfume. El perfume está preferentemente dentro del intervalo de un 0,001 a un 3 % en peso, del modo más preferido de un 0,1 a un 2 % en peso. Muchos ejemplos apropiados de perfumes de proporcionan en CTFA (Cosmetic, Toiletry and Fragrance Association) 1992 International Buyers Guide, publicado por CFTA Publications y OPD 1993 Chemicals Buyers Directory 80ª Edición Anual, publicado por Schnell Publishing Co.

Resulta común que exista una pluralidad de componentes de perfume en la formulación. En las composiciones de la presente invención se prevé que existan cuatro o más, preferentemente cinco o más, más preferentemente seis o más o incluso siete o más componentes de perfume diferentes.

45 En las mezclas de perfume, preferentemente de un 15 a un 25 % en peso son notas superiores. Las notas superiores se definen por parte de Poucher (Journal of the Society of Cosmetic Chemists 6(2):80 [1955]). Las notas superiores preferidas están seleccionadas entre aceites cítricos, linalol, acetato de linalilo, lavanda, dihidromircenol, óxido de rosa y cis-3-hexanol.

50 Es preferible que la partícula de detergente revestida para lavado de ropa no contenga un blanqueante de peróxigeno, por ejemplo, percarbonato de sodio, perborato de sodio y perácido.

Polímeros

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

Enzimas

Una o más enzimas están presentes de forma preferida en una composición de la invención.

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

10 Las enzimas especialmente contempladas incluyen proteasas, alfa-amilasas, celulasas, lipasas, peroxidadas/oxidadas, pectato liasas y manasas o sus mezclas.

Las lipasas apropiadas incluyen las de origen fúngico o bacteriano. Se incluyen los mutantes modificados químicamente y los sometidos a estudio técnico de proteínas. Los ejemplos de lipasas útiles incluyen lipasas de *Humicola* (sinónimo *Thermomyces*), por ejemplo de *H. Lanuginosa* (*T. Lanuginosus*) como se describe en el documento EP 258 068 y en el documento EP 305 216 o de *H. Insolens* como se describe en el documento WO 96/13580, una lipasa de *Pseudomonas*, por ejemplo *P. Alcaligenes* o *P. Pseudoalcaligenes* (documento EP 218 272), *P. Cepacia* (documento EP 331 376), *P. Stutzeri* (documento GB 1.372.034), *P. Fluorescens*, cepa SD 705 de *Pseudomonas sp.* (documento WO 95/06720 y documento WO 96/27002). *P. Wisconsinensis* (documento 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* (documento JP 64/744992) o *B. Pumilus* (documento 91/16422).

Otros ejemplos son las variantes de lipasa tales como las descritas 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 WO 09/111258.

25 Las enzimas de lipasa comercialmente disponibles y preferidas incluyen Lipolase™ y Lipolase Ultra™, Lipex™ (Novozymes A/S) y Lipoclean™

El procedimiento de la invención se puede llevar a cabo en presencia de fosfolipasa clasificada como EC 3.1.1.4 y/o EC 3.1.1.32. Tal y como se usa en la presente memoria, el término fosfolipasa es una enzima que tiene actividad frente a fosfolípidos.

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

40 Las proteasas apropiadas incluyen las de origen animal, vegetal o microbiano. Se prefiere el origen microbiano. Se incluyen mutantes químicamente modificados y sometidos a estudio técnico de proteínas. La proteasa puede ser una proteasa de serina o una metalo proteasa, preferentemente una proteasa microbiana alcalina o una proteasa de tipo tripsina. Las enzimas de proteasa comercialmente disponibles preferidas incluyen Alcalase™, Savinase™, Primase™, Duralase™, Dyrazym™, Espersase™, Everlase™, Polarzyme™ y Kannase™, (Novozymes A/S), Maxatase™, Maxacal™, Maxapem™, Properase™, Purafect™, Purafect OxP™, FN2™ y FN3™ (Genencor International Inc.).

45 El procedimiento de la invención se puede llevar a cabo 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 levadura.

50 Las amilasas apropiadas (alfa y/o beta) incluyen las de origen bacteriano o fúngico. Se incluyen los mutantes químicamente modificados o los sometidos estudio técnico 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 el documento GB 1.296.839 o las cepas de *Bacillus sp.* divulgadas en el documento WO 95/026397 o el documento WO 00/060060. Las amilasas comercialmente disponibles son Duramyl™, Termamyl™, Termamyl Ultra™, Natalase™, Stainzyme™, Fungamyl™ y BAN™ (Novozymes A/S), Rapidase™ y Purastar™ (de Genencor International Inc.).

Las celulasas apropiadas incluyen las de origen bacteriano u origen fúngico. Se incluyen los mutantes químicamente modificados o sometidos a estudio técnico de proteínas. Las celulasas apropiadas incluyen las del género *Bacillus*,

Pseudomonas, *Humicola*, *Fusarium*, *Thielavia*, *Acremonium*, por ejemplo, las celulasas fúngicas producidas a partir de *Humicola insolens*, *Thielavia terrestres*, *Myceliophthora thermophila* y *Fusarium oxysporum* divulgadas 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 comercialmente disponibles incluyen Celluzyme™, Carezyme™, Endolase™, Renozyme™ (Novozymes A/S), Clazinase™ y Puradaz HA™ (Genencor International Inc.) y KAC 500(B)™ (Kao Corporation).

Las peroxidasas/oxidasas apropiadas incluyen el origen de plantas, bacterianas o fúngicas. Se incluyen los mutantes químicamente modificados o los sometidos a estudio técnico de proteínas. Los ejemplos de peroxidasas útiles incluyen peroxidasas de *Coprinus*, por ejemplo *C. Cinereus* y sus variantes y las descritas en el documento WO 93/24618, WO 95/10602 y WO 98/15257. Las peroxidasas comercialmente disponibles incluyen Guardzyme™ y Novozym™ 51004 (Novozymes A/S).

Las enzimas adicionales apropiadas para su uso se divulgan en el documento WO 2009/087524, WO 2009/090576, WO 2009/148983 y WO 2008/007318.

Estabilizadores de enzimas

Cualquier enzima presente en la composición se puede estabilizar usando agentes de estabilización convencionales, por ejemplo, un poliol tal como propileno glicol o glicerol, un azúcar o un 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 fenil borónico tal como ácido 4-formilfenil borónico, y la composición puede formularse como se describe por ejemplo en el documento WO 92/19709 y el documento WO 92/19708.

Cuando los grupos alquilo son suficientemente largos para formar cadenas ramificadas o cíclicas, los grupos alquilo engloban cadenas alquílicas cíclicas y lineales. Los grupos alquilo son preferentemente lineales o ramificados, del modo más preferido lineales.

El artículo indefinido "un", "uno" o "una" y su correspondiente artículo definido "el" o "ella" se usan en la presente memoria para hacer referencia a al menos uno, o uno o más, a menos que se especifique lo contrario. El singular engloba el plural, a menos que se especifique lo contrario.

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

Es preferible que la partícula de detergente revestida tenga una relación de núcleo con respecto a cubierta de 3 a 1:1, del modo más preferido de 2,5 a 1,5:1, siendo la relación óptima de núcleo con respecto a cubierta de 2:1.

Sección experimental

Fabricación del núcleo

Se mezclaron materias primas de tensioactivos juntas para proporcionar una pasta activa un 67 % que comprendía 56 partes de tensioactivo aniónico de sulfonato de alquil benceno lineal (Ufasan 65 de Unger) LAS, 30 partes de lauril éter sulfato de sodio, SLES (de 1 a 3 grupos etoxi) y 14 partes de tensioactivo PAS. Se pre-calentó la pasta hasta la temperatura de alimentación y se alimentó en la parte superior de un evaporador de película húmeda para reducir el contenido de humedad y producir una mezcla estrecha de tensioactivo sólida, que se sometió al ensayo de tolerancia frente a calcio. El producto se enfrió y se molió.

Se mezcló el producto granular resultante con diferentes niveles, de un 0 % en peso a un 40 % en peso, de calcita (Omya 40 y Omya 5) y se alimentó en un extrusor en co-rotación de doble husillo equipado con una placa de orificios conformadas y una cuchilla cortadora.

Los microgránulos extruidos resultantes fueron higroscópicos y, por ello, se almacenaron en recipientes sellados. Estos se revistieron con carbonato de sodio en un lecho fluido.

Las partículas fueron elipsoides achatados que tuvieron las siguientes dimensiones aproximadas $x = 1,0$ mm, $y = 4,0$ mm y $z = 5,0$ mm.

Revestimiento

Se revistieron partículas de núcleo con carbonato de sodio (partícula 1) o CP5 (partícula de referencia 2) por medio de pulverización. Las fracciones extruidas se introdujeron en la cámara de fluidización de un secador de lecho fluido de laboratorio Strea 1 (Aeromatic-Fielder AG) y se revistieron por pulverización usando la solución de revestimiento usando una configuración de pulverización superior. La solución de revestimiento se alimentó en la boquilla de pulverización del Strea 1 por medio de una bomba peristáltica (modelo Watson-Marlow 101 U/R). Las condiciones usadas para el revestimiento se proporcionan en la tabla siguiente:

	Partícula
Mas de fracción extruida [g]	800
Solución de revestimiento [g]	420 Na ₂ CO ₃ 980H ₂ O
Temperatura de entrada de aire [°C]	90
Temperatura de salida de aire [°C]	39
Velocidad de alimentación de revestimiento [g/min]	35
Temperatura de alimentación de revestimiento [°C]	50

Ejemplo – fabricación de microgránulos, calcita en núcleo

Partícula de núcleo con 20 % de Omya 40

- 5 Se mezclaron minuciosamente 800 g de mezcla seca de tensioactivo molido (LAS/PAS/SLES.3eo (58,3-14,6-27.1 en peso) con 200 g de calcita Omya 40.

Similarmente, se prepararon mezclas con un 0,40 % de calcita Omya 40 y un 10-20 % de calcita Omya 5.

- 10 Se sometieron las mezclas a extrusión usando un extrusor de husillo gemelar Thermo Fischer 24HC, operado a una velocidad de 8 kg/h. Se ajustó la temperatura de entrada del extrusor en 15 °C, elevando hasta 40 °C justo antes de la placa-boquilla. Se perforó la placa-boquilla usada con 6 orificios circulares de 5 mm de diámetro.

Se cortaron los productos sometidos a extrusión tras la placa-boquilla usando configuración de cuchilla de alta velocidad para producir partícula con un espesor de ≈ 1,0 mm.

(Revestimiento)

- 15 Se introdujeron 800 g de fracciones extruidas anteriormente en la cámara de fluidización de un secador de lecho fluido de laboratorio Strea 1 (Aeromatic-Fielder AG) y se revistió por pulverización usando 1400 g de una solución que contenía 420 g de carbonato de sodio, usando una configuración de pulverización superior.

Se alimentó la solución de revestimiento en la boquilla de pulverización de Strea 1 por medio de una bomba peristáltica (modelo Watson-Marlow 101 U/R) a una velocidad inicial de 3 g/min, elevando hasta 9 g/min durante el transcurso del ensayo de revestimiento.

- 20 Se operó el dispositivo de revestimiento de lecho fluido con una temperatura inicial de entrada de aire de 55 °C aumentando hasta 90 °C durante el transcurso del ensayo de revestimiento, al tiempo que se mantuvo la temperatura de salida dentro del intervalo de 35-40 °C durante todo el procedimiento de revestimiento.

Procedimiento de almacenamiento y resultados

- 25 Se colocaron gránulos revestidos, 180 g, en una caja de cartón sencilla, abierta en la tapa. Se almacenaron las muestras en un ambiente fijado en 27 °C, 70 % de humedad relativa, durante 2 semanas y 4 semanas. Después de eso se retiraron las cajas y se almacenaron en cuanto a vertido y ausencia de cristales.

1) Resultados de almacenamiento para microgránulos que contiene Omya 40 (todos revestidos con carbonato de sodio)

Muestra	Almacenamiento de 2 semanas		Almacenamiento de 4 semanas	
	Fluye libre	Moderadamente crujiente	Ligeramente baboso	Moderadamente crujiente
Base revestida LAS/NI	Fluye libre	Moderadamente crujiente	Ligeramente baboso	Moderadamente crujiente
Base revestida LAS/PAS/SLES	Baboso	Moderadamente blando	Baboso	Blando
LAS/PAS/SLES + 10 % de calcita Omya 40	Fluye libre	Moderadamente blando	Baboso	Blando
LAS/PAS/SLES + 20 % de calcita Omya 40	Fluye libre	Moderadamente crujiente	Ligeramente baboso	Blando
LAS/PAS/SLES + 30 % de calcita Omya 40	Fluye libre	Crujiente	Fluye libre	Moderadamente crujiente
LAS/PAS/SLES + 40 % de calcita Omya 40	Fluye libre	Crujiente	Fluye libre	Moderadamente crujiente

A partir de los resultados los inventores concluyen que:

La calcita de D50 apropiado mejora el comportamiento de almacenamiento con respecto a manipulación del producto.

5 La integridad de las partículas LAS/PAS/SLES con un revestimiento de un 30 % de carbonato de sodio se mejora por medio de la inclusión de calcita en el núcleo.

La incorporación de calcita de tamaño D50 apropiado estabiliza el núcleo de tensioactivo sólido.

Se midió calcita Omya 40 que tenía la siguiente distribución de tamaño 10 % (1,93 micrómetros), distribución 50 % (24,01 micrómetros) y distribución 90 % (70,08 micrómetros).

Clave para Símbolos y calificación usada en la Clasificación del Comportamiento en Almacenamiento

Se evalúa el flujo de polvo tras abrir el envase e invertirlo	Sensación determinada al tacto
F = Flujo libre	C= crujiente
SS = ligeramente baboso	MC = moderadamente crujiente
S= baboso	MS = moderadamente blando
L = grumos	S = blando
SC = ligeramente crujiente	M = húmedo
Sin flujo	W = mojado

10

2) Resultados de almacenamiento para microgránulos que contienen Omya 5 (todos revestidos con carbonato de sodio).

Muestra	2 Semanas de Almacenamiento		4 Semanas de Almacenamiento	
LAS/PAS/SLES + 10 % de calcita Omya 5	Fluye libre	Blanco	No fluye	Blanco
LAS/PAS/SLES + 20 % de calcita Omya 5	Fluye libre	Moderadamente crujiente	No fluye	Moderadamente crujiente

15

A partir de estos resultados, los inventores concluyen que la calcita de D50 4,22 micrómetros mejora el comportamiento en almacenamiento en 2 semanas pero parece tener un efecto negativo tras 4 semanas de almacenamiento.

Se midió calcita Omya 5 que tenía una distribución de tamaño siguiente 10 % (0,70 micrómetros), distribución 50 % (4,22 micrómetros), y distribución 90 % (14,88 micrómetros).

REIVINDICACIONES

1. Una partícula de detergente revestida que tiene dimensiones perpendiculares x, y, y z, en la que x es de 0,5 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) de un 20 a un 39 % en peso de un tensioactivo seleccionado entre: tensioactivos aniónicos y no iónicos;
(ii) de un 10 a un 40 % en peso de un revestimiento de sal inorgánica seleccionado entre: carbonato de sodio y/o sulfato de sodio del cual al menos un 5 % en peso de la sal inorgánica es carbonato de sodio; y
10 (iii) de un 10 a un 40 % en peso de calcita que tiene un diámetro medio de tamaño mediano de partícula (D50) dentro del intervalo de 10 a 70 micrómetros, y en la que las sales inorgánicas están presentes en la partícula de detergente como revestimiento y el tensioactivo está presente como núcleo con la calcita dispersada en el núcleo.
2. Una partícula de detergente revestida de acuerdo con la reivindicación 1, en la que el tamaño de partícula D50 de la calcita es de 15 a 40.
3. Una partícula de detergente revestida de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, en la que el tamaño de partícula D50 de la calcita es de 20 a 40.
- 15 4. Una partícula de detergente revestida de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que la partícula de detergente revestida comprende de un 25 a un 35 % en peso de calcita.
5. Una partícula de detergente revestida de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que la sal inorgánica está presente en el intervalo de un 10 a un 30 % en peso.
- 20 6. Una partícula de detergente revestida de una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que la partícula comprende de un 0,5 a un 5 % en peso de agua.
7. Una partícula de detergente revestida de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que al menos de un 90 a un 100 % en peso de las partículas de detergente revestidas en las dimensiones x, y, y z presentan una variación de un 20 % de la partícula de detergente revestida de la más grande a la más pequeña.