(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 718 092**

(51) Int. CI.:

C11D 3/12 (2006.01)
C11D 1/29 (2006.01)
C11D 3/10 (2006.01)
C11D 3/22 (2006.01)
C11D 3/37 (2006.01)
C11D 3/08 (2006.01)
C11D 17/00 (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(86) Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **19.05.2014 PCT/IN2014/000334**

(87) Fecha y número de publicación internacional: **22.01.2015 WO15008296**

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **19.05.2014 E 14825618 (3)**

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **27.03.2019 EP 3022279**

(54) Título: **Alquil éter sulfatos sólidos altamente activos que fluyen libremente**

(30) Prioridad:

18.07.2013 IN 2404MU2013

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
27.06.2019

(73) Titular/es:

GALAXY SURFACTANTS LTD. (100.0%)
C-49/2, TTC Industrial Area, Pawne
Navi Mumbai 400 703 Maharashtra, IN

(72) Inventor/es:

TRAILOKYA, SAGAR ANIL;
KADAM, SHANTARAM JAGANNATH;
TAMBE, DHANANJAY CHANDRAKANT;
CHENNIAPPAN, NITHYANANDAN y
GARIKIPARTHY, SESHA SAMBA MURTY

(74) Agente/Representante:

SALVÀ FERRER, Joan

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

Alquil éter sulfatos sólidos altamente activos que fluyen libremente

CAMPO DE LA INVENCIÓN

La presente invención se refiere a alquil éter sulfatos sólidos altamente activos que fluyen libremente. En particular, se refiere a alquil éter sulfatos sólidos que fluyen libremente y que tienen un contenido activo de al menos un 50% a un 90% en peso. También se refiere al proceso de fabricación de los alquil éter sulfatos sólidos altamente activos que fluyen libremente. En particular, se refiere al proceso de fabricación de los alquil éter sulfatos sólidos altamente activos que fluyen libremente a temperaturas de secado de 80-120 °C. Dichos alquil éter sulfatos se utilizan preferentemente en detergentes para la colada y en detergentes para el fregado de platos.

ANTECEDENTES DE LA INVENCIÓN

En el sector de los detergentes ha habido un interés considerable en desarrollar detergentes sólidos para la colada y el fregado de platos que sean «compactos» y, por lo tanto, existe una demanda de volúmenes bajos de dosificación para operaciones eficaces de lavado de colada y fregado de platos. Para facilitar la producción de estos así llamados detergentes con baja dosificación, se han de cumplir las tres importantes condiciones siguientes:

1. partículas detergentes que contienen una elevada concentración de agente(s) activo(s) tensioactivo(s) o detergente(s);
2. partículas detergentes con una de densidad aparente elevada, por ejemplo, con una densidad de al menos 600 g/l o superior; y
3. partículas detergentes que no son pegajosas y que fluyen libremente.

Por lo general, existen tres tipos principales de procesos mediante los que se pueden preparar detergentes sólidos, bien en gránulos o en polvo. El primer tipo de proceso supone el secado por atomización de una suspensión acuosa del detergente en una torre de secado por atomización para producir gránulos de detergente muy porosos (por ejemplo, proceso en torre para composiciones detergentes de baja densidad). El segundo tipo de proceso supone el secado por atomización de una suspensión acuosa del detergente en una torre de secado por atomización como el primer paso; a continuación, los gránulos resultantes se aglomeran con un aglutinante, como un tensioactivo aniónico o no aniónico y, finalmente, diversos componentes del detergente se mezclan en seco para producir gránulos de detergente (por ejemplo, proceso en torre además de proceso sin torre [aglomeración] para composiciones detergentes de alta densidad). En el tercer tipo de proceso, los diversos componentes del detergente se mezclan en seco, tras lo cual se aglomeran con un aglutinante, como un tensioactivo aniónico o no aniónico, para producir composiciones detergentes de alta densidad (por ejemplo, proceso sin torre [aglomeración] para composiciones detergentes de alta densidad).

Debido a sus excelentes propiedades detergentes y elevada biodegradabilidad, los alquil éter sulfatos son los agentes activos tensioactivos preferidos y más ampliamente utilizados en composiciones detergentes compactas para la colada. Se sabe que los alquil éter sulfatos se utilizan en composiciones detergentes en solución acuosa o en forma pastosa. Sin embargo, dado que para formar gránulos de detergente es necesario controlar la relación de líquidos a sólidos, la concentración máxima de material activo tensioactivo que se puede incorporar de esta manera es limitada. Además, los alquil éter sulfatos son muy sensibles al calor y, por lo tanto, no se pueden procesar a temperaturas elevadas debido a su tendencia a descomponerse significativamente a temperaturas superiores a los 80 °C. Por lo tanto, no se suelen incorporar a los polvos para la colada secados por atomización por medio de la suspensión.

Por lo tanto, conviene incorporar estos alquil éter sulfatos como un componente sólido aparte para fabricar las composiciones detergentes compactas para la colada. La aglomeración es un método en el que el material activo tensioactivo se mezcla en seco con los otros componentes del detergente para preparar las composiciones sólidas detergentes. Sin embargo, todavía no ha sido posible producir composiciones detergentes sólidas que comprendan una elevada concentración de agentes activos tensioactivos, como los alquil éter sulfatos.

Para lograr una eliminación eficaz de la suciedad, las composiciones detergentes para la colada, en particular las composiciones para lavar la ropa a mano, requieren elevadas concentraciones de agentes activos tensioactivos. Sin embargo, se ha observado que las composiciones altamente activas pueden presentar problemas en cuanto a propiedades subóptimas del polvo, por ejemplo, adherencia del polvo que produce aglomeración y una escasa fluidez. Por lo tanto, en el estado anterior de la técnica se menciona con frecuencia la producción de composiciones con escasa actividad con menos de un 40% de componentes activos tensioactivos.

En la patente de EE.UU. n.º 6 221 831 (Unilever) se describe el uso de una baja cantidad de aproximadamente un máximo del 7% de adyuvantes de la detergencia, como las zeolitas, y el tensioactivo aniónico activo reivindicado está presente en al menos un 27%.

En la solicitud de patente de India n.º 2623/MUM/2009 (Hindustan Unilever Ltd.) se describen gránulos de detergente que fluyen libremente que comprenden un 10-30% de tensioactivos aniónicos.

En la patente de EE.UU. n.º 5 916 868 (Church & Dwight Co.) se hace referencia a un proceso para la producción de un producto detergente granular con una elevada densidad aparente que fluye libremente para la colada y que comprende hasta un 40% de tensioactivo.

En la patente europea 105 160A (Akzo) se dan a conocer sílices cargadas con soluciones acuosas de tensioactivos, preferentemente sulfato de alcoholes primarios, alquil éter sulfato o tensioactivo no iónico, para uso en pastas de dientes; la carga de tensioactivo más elevada dada a conocer en un gránulo que fluye libremente es del 20% en peso, y las cargas más elevadas afectan negativamente a la fluidez.

Otro requisito para preparar un detergente compacto es que tenga una densidad aparente elevada.

En el estado anterior de la técnica se da a conocer la preparación de detergentes tanto con una densidad aparente elevada como con una densidad aparente baja. En la patente de India 214 078 (P&G) se describe el proceso de producción de una composición detergente de baja densidad que tiene una densidad inferior a 600 g/l.

Las composiciones detergentes que tienen una densidad aparente elevada se suelen preparar mediante un proceso que supone la mezcla o la granulación de los componentes de la composición y/o un polvo de base obtenido, por ejemplo, a partir de un proceso de secado por atomización, y aporta considerables beneficios al consumidor en comparación con las composiciones de densidad aparente baja.

También se conoce la incorporación de un tensioactivo aniónico, como alquil éter sulfatos grasos, en composiciones detergentes por medio de un complemento sólido, es decir, una partícula que comprende el tensioactivo y otros componentes de la composición, como carbonato de sodio y un adyuvante. Hasta la fecha, la concentración de tensioactivo aniónico presente en dichos complementos se ha visto limitada debido a la necesidad de aportar buenas propiedades de fluidez y reducir la tendencia a formar aglomerados.

En numerosas ocasiones se ha intentado lograr partículas sólidas que tengan una elevada carga de alquil éter sulfatos y que a la vez mantengan las propiedades de fluidez libre de las partículas.

En la patente europea 430 603A (Unilever) se dan a conocer gránulos de detergente que contienen tensioactivo aniónico en al menos un 30% en peso y un material de relleno altamente oleoabsorbente, como una sílice, en estrecho contacto con el tensioactivo aniónico.

En la patente europea 651 050A (Procter & Gamble) se dan a conocer aglomerados de detergente que comprenden un sólido, preferentemente hidrosoluble, una sal (por ejemplo, sulfato, carbonato o silicato de sodio), y un aglutinante fluido que comprende un tensioactivo aniónico (preferentemente alquil éter sulfato) y silicato de sodio.

En la patente de EE.UU. n.º 6 369 020 (Unilever) se da a conocer la preparación de un componente de detergente granular que fluye libremente y que comprende alquil éter sulfatos en al menos un 30%, preferentemente en un 30-75%.

En la patente WO 97 10321A (Procter & Gamble) se dan a conocer composiciones tensioactivas estructuradas que comprenden un tensioactivo, preferentemente alquil éter sulfato, en un 35-60% en peso, sílice hidrofílica finamente dividida en un 1-20% en peso y humedad en un 15-25% en peso; estas composiciones están en forma de «pasta continua endurecida».

Por lo tanto, aunque en numerosas ocasiones se ha intentado preparar composiciones de alquil éter sulfato sólidas y altamente activas, se siguen necesitando composiciones aún más activas, es decir, con un contenido activo de al menos un 50%, preferentemente más de un 60%, más preferentemente más de un 70% y aún más preferentemente, más de un 75%, lo que no era posible en los procesos/composiciones de la técnica anterior. Asimismo, en todos los casos del estado anterior de la técnica los alquil éter sulfatos se calientan a temperaturas inferiores a los 80 °C para evitar su descomposición.

Conforme a lo anterior, los inventores de la presente invención han descubierto de manera inesperada un proceso singular para producir alquil éter sulfatos sólidos altamente concentrados que fluyen libremente mediante su procesamiento a temperaturas superiores a los 80 °C por medio de una combinación singular de zeolitas, carbonatos, estructurante y material de recubrimiento. Estos alquil éter sulfatos sólidos altamente activos posteriormente se pueden utilizar en combinación con otros adyuvantes de detergente para preparar las formulaciones finales de detergente o se pueden usar directamente como formulaciones finales de detergente.

SUMARIO DE LA INVENCIÓN

En consonancia con el objetivo expuesto más arriba, conforme a un primer aspecto, la presente invención proporciona una composición de alquil éter sulfato sólido altamente activo que fluye libremente que comprende: (a) alquil éter

sulfato en un 50% a un 90% en peso; (b) carbonato en un 0,5% a un 5% en peso; (c) zeolita en un 5% a un 50% en peso; (d) estructurante en un 0,5% a un 3% en peso; (e) material de recubrimiento en un 1% a un 10% en peso.

En algunas realizaciones la forma sólida son agujas o gránulos.

Conforme a una segunda realización, la presente invención proporciona un proceso para producir los alquil éter sulfatos sólidos altamente activos que fluyen libremente conforme al primer aspecto, y que consta de los siguientes pasos:

(i) alimentar alquil éter sulfato, zeolita amorfa, carbonato y estructurante al mezclador para formar una mezcla;
(ii) calentar la mezcla a 80-120 °C, a lo que sigue la adición de zeolita cristalina a la mezcla;
(iii) enfriar la mezcla hasta los 70 °C para obtener la forma sólida de la mezcla; y
(iv) recubrir la forma sólida con material de recubrimiento.

Por lo tanto, la presente invención proporciona un proceso eficiente y económico para facilitar la producción a gran escala de alquil éter sulfatos sólidos altamente activos que fluyen libremente.

Otro aspecto de la presente invención proporciona alquil éter sulfatos sólidos altamente activos que fluyen libremente y que tienen un contenido de humedad muy bajo, inferior al 5% en peso.

En otro aspecto adicional, la presente invención proporciona alquil éter sulfatos sólidos altamente activos que fluyen libremente con forma de agujas o gránulos.

Los alquil éter sulfatos sólidos altamente activos que fluyen libremente se pueden almacenar prolongadamente y pueden mostrar una eficiencia excelente en el transporte, sin perder la fluidez libre y aportando una mayor blancura.

Conforme a otro aspecto, la presente invención proporciona alquil éter sulfatos sólidos coloreados altamente activos que fluyen libremente.

En otro aspecto adicional, la presente invención proporciona el uso de alquil éter sulfatos sólidos altamente activos que fluyen libremente en composiciones detergentes para la colada y composiciones para el fregado de platos. Los pormenores de una o más realizaciones de las invenciones se detallan en la descripción de más abajo. Otras características, finalidades y ventajas de las invenciones resultarán obvias por medio de las reivindicaciones y los ejemplos anexos.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS ADJUNTOS

Figura I: gráfico del tiempo de disolución de las agujas de lauril éter sulfato de sodio (SLES) activo al 56% en solución acuosa al 1%.

Figura II: gráfico del tiempo de disolución de la pasta de lauril éter sulfato de sodio (SLES) activo al 70% en solución acuosa al 1%.

Figura III: agujas de lauril éter sulfato de sodio (SLES) activo al 67%.

Figura IV: agujas de lauril éter sulfato de sodio (SLES) activo al 83%.

Figura V: agujas de lauril éter sulfato de sodio (SLES) activo al 56% de color rosa, azul y amarillo.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCIÓN

El paso importante en la preparación de alquil éter sulfatos sólidos es el secado. Los alquil éter sulfatos sólidos se preparan mezclando alquil éter sulfatos líquidos con otros componentes y secando la mezcla. Como se explica en el estado anterior de la técnica, los alquil éter sulfatos que son sensibles al calor nunca se han podido procesar a más de 80 °C y, en consecuencia, se necesitan muchas horas para preparar alquil éter sulfatos sólidos altamente activos mediante secado. De manera sorprendente, los inventores de la presente invención han hallado un proceso para preparar alquil éter sulfatos sólidos altamente activos que se puede llevar un cabo mediante secado a temperaturas superiores a los 80 °C sin que los alquil éter sulfatos se degraden.

Los inventores de la presente invención han descubierto que la combinación singular de zeolitas y carbonatos aporta una excelente amortiguación frente a los protones y ayuda a lograr alquil éter sulfatos altamente activos con un tiempo reducido del ciclo del lote. Los alquil éter sulfatos son sumamente sensibles al calor y se pueden hidrolizar con el calor (temperaturas superiores a los 80 °C) y la humedad. El producto de hidrólisis es el ácido sulfúrico y el alcohol alquílico etoxilado, y el pH ácido del material cataliza la hidrólisis aún más. La adición de zeolita y carbonato, en combinación, durante la etapa de secado detiene marcadamente la hidrólisis de los alquil éter sulfatos y, en consecuencia, los alquil éter sulfatos resisten temperaturas de secado elevadas durante muchas horas. Se ha observado que el carbonato o

la zeolita, por sí solos, no funcionan, pero cuando se utilizan en combinación, los alquil éter sulfatos se pueden calentar hasta los 120 °C sin que se hidrolicen y sin que la actividad tensioactiva disminuya significativamente. Este fenómeno concreto de la zeolita y el carbonato aporta una ventaja añadida durante el secado de los alquil éter sulfatos. Aumenta la eficiencia del proceso en términos de una disminución del tiempo de procesamiento para preparar el producto altamente activo. Otro aspecto importante de la presente invención que los inventores han descubierto es que los alquil éter sulfatos sólidos altamente activos preparados no son pegajosos y fluyen libremente. La combinación original de zeolitas amorfas y cristalinas, y el recubrimiento final del producto con un material de recubrimiento, confieren al producto la propiedad de fluidez libre, que no se da a conocer en el estado anterior de la técnica.

Las diversas formas sólidas de alquil éter sulfatos que se pueden preparar conforme a la presente invención son aglomerados, polvo, extruidos, escamas, perlas, fideos y preferentemente, agujas y gránulos.

Por lo tanto, la presente invención se refiere a un proceso para preparar alquil éter sulfatos sólidos altamente activos que fluyen libremente, y consta de los siguientes pasos:

(i) alimentar alquil éter sulfato al mezclador;
(ii) añadir zeolita amorfa, carbonato y estructurante al paso (i) para formar una mezcla;
(iii) calentar la mezcla a 80-120 °C;
(iv) añadir la zeolita cristalina a la mezcla;
(v) enfriar la masa hasta los 70 °C;
(vi) generar una forma sólida de la mezcla; y
(vii) recubrir la forma sólida con material de recubrimiento.

La presente invención además proporciona alquil éter sulfatos sólidos altamente activos que fluyen libremente y que comprenden:

a. alquil éter sulfato de un 50% a un 90% en peso;
b. carbonato de un 0,5% a un 5% en peso;
c. zeolitas de un 5% a un 50% en peso;
d. estructurante de un 0,5% a un 3% en peso;
e. material de recubrimiento de un 1% a un 10% en peso.

Desde la perspectiva de resistencia al apelmazamiento, el contenido de humedad de los alquil éter sulfatos sólidos altamente activos que fluyen libremente de la presente invención está comprendido preferentemente entre el 0 y el 10% en peso, y, más preferentemente, entre el 0 y el 5% en peso. Cuanto menor es el contenido de humedad, menor es el apelmazamiento y mayor es la fluidez libre.

El pH mantenido durante el proceso puede estar entre 9 y 14.

Los pormenores de todos los componentes utilizados para preparar los alquil éter sulfatos sólidos altamente activos que fluyen libremente se facilitan más abajo.

Alquil éter sulfatos

Los alquil éter sulfatos por lo general se definen como sales de aductos sulfatados de óxido de etileno con alcoholes alquílicos que contienen de aproximadamente 8 a aproximadamente 22 átomos de carbono, y que preferentemente corresponden a la fórmula:

$RO\text{-}(CH_2CH_2O)_nSO_3X$

donde R es un grupo hidrocarbonado lineal o ramificado que contiene de 8 a 22 átomos de carbono, y n es un número promedio de moles de óxido de etileno (OE) de entre 0,5 y 3.

X es un metal alcalino, un metal alcalinotérreo, amonio o amonio sustituido.

Los alquil éter sulfatos de la presente invención tienen una cadena alquílica que contiene de 8 a 22 átomos de carbono, preferentemente, la cadena alquílica grasa contiene de 8 a 18 átomos de carbono, preferentemente de 12 a 18 átomos de carbono, más preferentemente de 12 a 16 átomos de carbono, y aún más preferentemente de 12 a 14 átomos de carbono. Algunos ejemplos típicos de cadena alquílica son caprililo, caprilo, laurilo, miristilo, cetilo, palmitilo, estearilo, behenilo y las mezclas técnicas obtenidas de las mismas. Algunos ejemplos preferidos son laurilo, coco, y mezcla de cadenas alquílicas de laurilo y miristilo. El grado promedio de etoxilación presente en los alquil éter sulfatos de la presente invención es de aproximadamente 0,5 a 10 moles de óxido de etileno, preferentemente aproximadamente de 0,5 a 3 moles de óxido de etileno. Un alquil éter sulfato particularmente preferido para su uso en la presente invención es el alquil éter sulfato de $C_{12\text{-}14}$ que tiene un promedio de 1 mol de óxido de etileno, disponible en el mercado con el nombre comercial «Galaxy LES 170»; otro es el alquil éter sulfato de $C_{12\text{-}14}$ que tiene un promedio de 2 moles de óxido de etileno, disponible en el mercado con el nombre comercial «Galaxy LES 70»; y otro más es el alquil éter sulfato de $C_{12\text{-}14}$ que tiene un promedio de 0,5 moles de óxido de etileno.

Estos alquil éter sulfatos normalmente se encuentran disponibles como solución acuosa al 28% y pasta acuosa al 70%. Siempre se pueden preparar otras concentraciones mediante la técnica conocida, y se utilizan para la presente invención. Estos alquil éter sulfatos también contienen alcoholes grasos etoxilados no sulfatados como una impureza en una cantidad de hasta un 3% en peso y sales inorgánicas, como sulfatos y cloruro de sodio, hasta un 2% en peso.

Zeolitas

Se sabe que las zeolitas favorecen o potencian el rendimiento limpiador y regulan la dureza de los minerales. Las zeolitas revisten una gran importancia en la mayoría de las composiciones detergentes granulares para colada muy sucia actualmente en el mercado, y también pueden ser un componente adyuvante importante en formulaciones detergentes sólidas.

Las zeolitas pueden tener una estructura cristalina o amorfa, y pueden ser aluminosilicatos de origen natural o sintetizadas artificialmente. Las zeolitas cristalinas pueden estar disponibles en el mercado, como la zeolita A (zeolita 4A), la zeolita P de aluminio máximo (zeolita MAP), la zeolita B, la zeolita X o la zeolita Y. Como otra posibilidad, los materiales de aluminosilicatos para intercambio iónico de origen natural o sintéticos adecuados para su uso en la presente invención se pueden fabricar según Krumrnel *et al*. describen en la patente de EE.UU. n.º 3 985 669. En la presente invención, la zeolita amorfa utilizada es «DET BUILD-150», suministrada por Gujarat Multi Gas Base Chemicals Pvt. Ltd. Contiene un mínimo de un 15,6% de Na_2O, un 32,3% de SiO_2 y un 29,0% de Al_2O_3. Tiene una capacidad de adsorción del agua de aproximadamente un 24%. La zeolita cristalina utilizada en la presente invención es la zeolita 4A (silicato de aluminio y sodio), suministrada por Zeolites And Allied Products Pvt. Ltd. Contiene un mínimo de un 18,0% de Na_2O, un 38,0% de SiO_2 y un 34,0% de Al_2O_3. Tiene una capacidad de adsorción del agua de aproximadamente un 24%.

Los inventores de la presente invención han descubierto que las zeolitas amorfas y cristalinas desempeñan un importante papel en la obtención de la forma sólida deseada, en particular, la relación de zeolita amorfa a zeolita cristalina. En el caso de la forma de aguja, si se utiliza únicamente zeolita amorfa se forman agujas pegajosas, mientras que, si se utiliza únicamente zeolita cristalina, la dureza es excesiva, lo que plantea dificultades en la formación de agujas. Para obtener alquil éter sulfatos con forma de aguja que fluyen libremente, la relación de zeolita amorfa a zeolita cristalina debe ser de entre 80:20 y 20:80.

Otro aspecto de la presente invención es el orden de adición de ambos tipos de zeolitas. La zeolita amorfa se añade en el primer paso de calentar, mientras que la zeolita cristalina se añade justo antes del último paso de recubrimiento de los alquil éter sulfatos sólidos. Si la zeolita cristalina se añade en la etapa inicial, el producto finalmente formado es pegajoso.

En una realización, los alquil éter sulfatos sólidos altamente activos que fluyen libremente comprenden un 5-50% en peso de zeolitas, preferentemente un 5-40 % en peso de zeolitas.

Carbonatos

Las composiciones detergentes para la colada que comprenden carbonatos alcalinos hidrosolubles son bien conocidas en la técnica. Por ejemplo, dichos carbonatos se suelen utilizar como adyuvantes en composiciones detergentes que complementan y potencian el efecto limpiador de los tensioactivos activos presentes en la composición. Dichos adyuvantes mejoran el poder limpiador de la composición detergente, por ejemplo, mediante la secuestración o la precipitación de los iones metálicos que producen dureza, como el calcio, la peptización de aglomerados de suciedad, la disminución de la concentración micelar crítica, y la neutralización de la suciedad ácida, así como mediante la potenciación de diversas propiedades del detergente activo, como la estabilización de suspensiones de suciedad sólida, la solubilización de materiales insolubles en agua, la emulsificación de partículas de suciedad y las características de espumación y formación de espuma.

Además de la actividad amortiguadora novedosa de los carbonatos en combinación con zeolitas, una ventaja adicional de utilizarlos en la presente invención es que reducen la cantidad de espuma que se forma durante el proceso. Además, confieren más blancura y, por lo tanto, mejoran el color del producto final.

Entre los ejemplos de carbonatos adecuados para la presente invención se incluyen los carbonatos de metales alcalinotérreos, como el carbonato de magnesio y el carbonato de calcio, y los carbonatos de metales alcalinos, como el carbonato de sodio y el carbonato de potasio, preferentemente el carbonato de sodio.

Además, la presente invención puede incluir bicarbonatos de metales alcalinotérreos y metales alcalinos.

El producto de la presente invención contiene carbonato de sodio con el fin de aumentar la detergencia y facilitar el procesamiento. El carbonato de sodio puede estar adecuadamente presente en cantidades del 0,5 al 5% en peso, preferentemente del 0,5 al 2% en peso.

En una realización, la relación de carbonato a zeolita va de 1:10 a 1:50.

Estructurantes

Entre los estructurantes adecuados se pueden incluir materiales seleccionados de jabones, azúcares, polímeros hidrosolubles, silicatos de metales alcalinos y combinaciones de los mismos. Entre los ejemplos preferidos se incluyen la glucosa, la maltosa, la sucrosa, el etilenglicol, homopolímeros y copolímeros, alcoholes polivinílicos, poliacrilatos y copolímeros acrílicos/maleicos (por ejemplo, Sokalan [marca comercial] CP5 de BASF). El término «azúcar», tal y como se utiliza en la presente memoria, constituye un término genérico para una clase de carbohidratos que suelen ser cristalinos y dulces, además de hidrosolubles. Los azúcares se forman a partir de unidades de glucosa y fructosa, que son azúcares por sí mismos. Entre los azúcares preferidos se incluyen la glucosa, la fructosa, la galactosa, la sucrosa, la maltosa, la lactosa, el sorbitol, el manitol, la rafinosa y la trehalosa.

Entre los azúcares que son útiles en esta invención se encuentran la sucrosa, que es el preferido por razones de disponibilidad y bajo coste, la glucosa, la fructosa, la maltosa (azúcar de malta), la celulosa y la lactosa, que son disacáridos.

Opcionalmente, se utiliza azúcar en un 0,5-3 % en peso, preferentemente, en un 2 % en peso.

Pigmentos de color

Los alquil éter sulfatos sólidos de la presente invención se pueden colorear con diversos pigmentos de color sin afectar al rendimiento físico. Estos alquil éter sulfatos sólidos se mezclan con color en el mezclador o licuadora y a continuación, se extruyen o se transforman para darles la forma deseada.

Los pigmentos de color se pueden seleccionar de entre pigmentos inorgánicos y orgánicos; preferentemente, los pigmentos son pigmentos orgánicos.

El pigmento puede ser de cualquier color; preferentemente, el pigmento es azul, rojo, rosa o amarillo.

Los pigmentos preferidos son CC Blue Fine Paste 615 (Clariant Chemicals), Liquitint Red SP (Milliken Chemicals) y Liquitint Yellow LP (Milliken Chemicals).

El pigmento azul se encuentra en forma pastosa y se tiene que diluir con agua antes de la coloración, mientras que los pigmentos rojo y amarillo se encuentran en forma líquida, y se utilizan tal cual. Los pigmentos están presentes preferentemente en un 0,1 a un 0,8% en peso.

Los alquil éter sulfatos sólidos coloreados preparados conforme a la presente invención se ilustran en la Figura V.

Recubrimiento

Los alquil éter sulfatos sólidos de la presente invención se recubren con un material de recubrimiento. El material de recubrimiento se compone de silicatos, preferentemente sílice. El recubrimiento se aplica en el paso final utilizando un polvo seco del material de recubrimiento. Debido a este recubrimiento, los alquil éter sulfatos sólidos dejan de ser pegajosos y pueden fluir libremente. La capa de recubrimiento en las partículas confiere una nueva superficie y propiedades en cuanto al aspecto a los alquil éter sulfatos sólidos. Asimismo, los alquil éter sulfatos sólidos recubiertos proporcionan un mejor perfil de fluidez a los productos detergentes finales, también sin aglutinación.

Para los fines de la presente invención, el recubrimiento se lleva a cabo con «sílice precipitada MFIL-100» suministrada por Madhu Silica Pvt. Ltd. Tiene un contenido mínimo de SiO_2 del 98,5%.

Opcionalmente, se puede añadir dióxido de titanio para mejorar la blancura de los alquil éter sulfatos sólidos. Se puede añadir aproximadamente de un 0,01% a un 1% en peso de dióxido de titanio.

Los alquil éter sulfatos sólidos con la forma deseada se pueden preparar mediante métodos convencionales conocidos como, por ejemplo:

(i) extrusión, corte y recubrimiento para dar agujas.
(ii) extrusión, molienda y recubrimiento para dar agujas pequeñas y gránulos no uniformes.
(iii) extrusión, esferoidización y recubrimiento para dar gránulos.
(iv) escamación, molienda y recubrimiento para dar gránulos no uniformes.

Los alquil éter sulfatos sólidos altamente activos que fluyen libremente preparados mediante los procesos reivindicados en la presente memoria se pueden utilizar directamente como composiciones finales de detergente o se pueden mezclar con otros aditivos o componentes de detergentes para fabricar las composiciones finales de detergente para fines de lavado de la ropa y la vajilla.

Asimismo, la fluidez libre de los alquil éter sulfatos sólidos de la presente invención es tan excelente que estos retienen su fluidez incluso cuando se apilan y se almacenan durante más tiempo o días más largos. Esta propiedad resulta útil en el transporte, ya que permitirá transportar el material sin que se formen grumos o aglomerados durante el transporte.

EJEMPLOS

La presente invención se describe por medio de ejemplos limitantes a título ilustrativo. Los pormenores de la invención proporcionados en los siguientes ejemplos se aportan únicamente a título ilustrativo, y no se deben interpretar como si limitaran el alcance de la presente invención.

EJEMPLO 1

Preparación de agujas de SLES activo al 56%

Se añadieron 8 kg (70% de materia activa) de lauril éter sulfato de sodio (SLES 70 1EO) a un mezclador. A esto se añadieron 2,46 kg de zeolita amorfa, 0,2 kg de carbonato de sodio y 0,1 kg de azúcar. El contenido se mezcló para garantizar que la masa fuera homogénea y se calentó al vacío hasta los 80-90 °C. El pH se midió regularmente y se confirmó que era de 10-11. Tras cada hora, se comprobaba la masa activa y al alcanzar la masa activa deseada, se añadían 1,14 kg de zeolita cristalina. La masa homogénea se enfrió hasta los 70 °C y se alimentó a una máquina formadora de agujas. Las agujas formadas se recubrieron con 0,2 kg de sílice en el mezclador.

Composición de las agujas de SLES activo al 56%

Componentes	**%**
SLES 70 1EO	56
Zeolita amorfa	24,6
Carbonato de sodio	2,0
Azúcar	1,0
Zeolita cristalina	11,4
Sílice	2,0
Agua	3,0
Total	100,0

EJEMPLO 2

Preparación de agujas de SLES activo al 67%

Se añadieron 9,54 kg (70% de materia activa) de lauril éter sulfato de sodio (SLES 70 1EO) a un mezclador. A esto se añadieron 1,33 kg de zeolita amorfa, 0,05 kg de carbonato de sodio y 0,2 kg de azúcar. El contenido se mezcló para garantizar que la masa fuera homogénea y se calentó al vacío hasta los 80-90 °C. El pH se midió regularmente y se confirmó que era de 10-11. Tras cada hora, se comprobaba la masa activa y al alcanzar la masa activa deseada, se añadían 1,24 kg de zeolita cristalina. La masa homogénea se enfrió hasta los 70 °C y se alimentó a una máquina formadora de agujas. Las agujas formadas se recubrieron con 0,2 kg de sílice en el mezclador.

Los alquil éter sulfatos sólidos activos al 67% se ilustran en la Figura III.

Composición de las agujas de SLES activo al 67%

Componentes	**%**
SLES 70 1EO	66,8
Zeolita amorfa	13,3
Carbonato de sodio	0,5
Zeolita cristalina	12,4

Componentes	%
Azúcar	2,0
Sílice	2,0
Agua	3
Total	100,0

EJEMPLO 3

Preparación de agujas de SLES activo al 83%

Se añadieron 11,8 kg (70% de materia activa) de lauril éter sulfato de sodio (SLES 70 1EO) a un mezclador. A esto se añadieron 0,46 kg de zeolita amorfa, 0,05 kg de carbonato de sodio, 0,05 kg de dióxido de titanio y 0,18 kg de azúcar. El contenido se mezcló para garantizar que la masa fuera homogénea y se calentó al vacío hasta los 80-90 °C. El pH se midió regularmente y se confirmó que era de 10-11. Tras cada hora, se comprobaba la masa activa, y al alcanzar la masa activa deseada, se añadían 0,49 kg de zeolita cristalina. Esta masa se mezclaba hasta que se volvía homogénea. Esta masa homogénea se enfrió hasta los 70 °C y se alimentó a una máquina formadora de agujas. Las agujas formadas se recubrieron con 0,18 kg de sílice en el mezclador.

Las agujas de alquil éter sulfato sólido activo al 83% se ilustran en la Figura IV.

Composición de las agujas de SLES activo al 83%

Componentes	%
SLES 70 1EO	82,8
Zeolita amorfa	4,6
Dióxido de titanio	0,45
Carbonato de sodio	0,5
Zeolita cristalina	4,93
Azúcar	1,8
Sílice	1,82
Agua	3,1
Total	100,0

EJEMPLO 4

Preparación de gránulos de SLES activo al 83%

Se añadieron 11,83 kg (70% de materia activa) de lauril éter sulfato de sodio (SLES 70 1EO) a un mezclador. A esto se añadieron 0,46 kg de zeolita amorfa, 0,05 kg de carbonato de sodio, 0,05 kg de dióxido de titanio y 0,18 kg de azúcar. El contenido se mezcló para garantizar que la masa fuera homogénea y se calentó al vacío hasta los 80-90 °C. El pH se midió regularmente y se confirmó que era de 10-11. Tras cada hora, se comprobaba la masa activa, y al alcanzar la masa activa deseada, se añadían 0,49 kg de zeolita cristalina. Esta masa se mezcló hasta que volverse homogénea. Esta masa homogénea se enfrió hasta los 70 °C y se alimentó a un molino de rodillos triple para formar las escamas. Estas escamas a continuación se granularon y se recubrieron con 0,182 kg de sílice en el mezclador.

Composición de los gránulos de SLES activo al 83%

Componentes	%
SLES 70 1EO	82,8

Zeolita amorfa	4,6
Dióxido de titanio	0,45
Carbonato de sodio	0,5
Zeolita cristalina	4,93
Azúcar	1,8
Sílice	1,82
Agua	3,1
Total	100,0

EJEMPLO 5

Preparación de agujas de SLES activo al 56% a elevada temperatura

Se añadieron 8 kg (70% de materia activa) de lauril éter sulfato de sodio (SLES 70 1EO) a un mezclador. A esto se añadieron 2,46 kg de zeolita amorfa, 0,2 kg de carbonato de sodio y 0,1 kg de azúcar. El contenido se mezcló para garantizar que la masa fuera homogénea y se calentó al vacío hasta los 110-115 °C. El pH se midió regularmente y se confirmó que era de 10-11. Tras cada hora, se comprobaba la masa activa y al alcanzar la masa activa deseada, se añadían 1,14 kg de zeolita cristalina. La masa homogénea se enfrió hasta los 70 °C y se alimentó a una máquina formadora de agujas. Las agujas se empaquetaron en un recipiente hermético. Las agujas se recubrieron con 0,2 kg de sílice en el mezclador.

Composición de las agujas de SLES activo al 56%

Componentes	**% de maduración**
SLES 70 1EO	56
Zeolita amorfa	24,6
Carbonato de sodio	2
Azúcar	1
Zeolita cristalina	11,4
Sílice	2
Agua	3
Total	100

EJEMPLOS COMPARATIVOS

EJEMPLO 6

Preparación de agujas de SLES activo al 83% sin zeolita amorfa ni carbonato de sodio

El ejemplo 3 se repitió, pero sin añadir zeolita amorfa ni carbonato de sodio. Se observó que el SLES se iba hidrolizando sustancialmente, y el contenido activo disminuyó al intervalo del 8-10% en las 4 horas de haber empezado a calentar a una temperatura de reacción de 90-100 °C.

EJEMPLO 7

Preparación de agujas de SLES activo al 83% sin zeolita amorfa

El ejemplo 3 se repitió, pero sin añadir zeolita amorfa. Se observó que el SLES se iba hidrolizando, y el contenido activo disminuyó en un 8-9% en las 4 horas de haber empezado a calentar a una temperatura de reacción de 90-100 °C.

EJEMPLO 8

Preparación de agujas de SLES activo al 83% sin carbonato de sodio

El ejemplo 3 se repitió, pero sin añadir carbonato de sodio. Se observó que el contenido activo disminuyó en un 6-8% en las 4 horas de haber empezado a calentar a una temperatura de reacción de 90-100 °C. Se observó que, a partir de los 100 °C, el material se empezaba a hidrolizar rápidamente y cuando la temperatura alcanzaba los 106 °C, todo el SLES se hidrolizaba.

Prueba de rendimiento del alquil éter sulfato sólido preparado conforme a la presente invención:

Tiempo de disolución de las agujas frente a la forma en pasta de lauril éter sulfato de sodio:

La prueba de disolución se llevó a cabo disolviendo 1 g de muestra en 100 ml de agua destilada y registrando el cambio en milivoltios. Cuando el valor en milivoltios era constante, se concluyó que la disolución se había completado.

El tiempo de disolución de las agujas de lauril éter sulfato de sodio (SLES) activo al 56% en solución acuosa al 1% se ilustra en la Figura I, mientras que el tiempo de disolución de la pasta de lauril éter sulfato de sodio (SLES) activo al 70% en solución acuosa al 1% se ilustra en la Figura II.

Se observó que los alquil éter sulfatos sólidos preparados conforme a la presente invención muestran mejores propiedades de disolución en agua que los alquil éter sulfatos en pasta. Esta propiedad de disolución es la propiedad más deseable necesaria en toda formulación detergente para que funcione eficiente y eficazmente.

REIVINDICACIONES

1. Una composición de alquil éter sulfato sólido altamente activo que fluye libremente que comprende:
   a. de un 50% a un 90% en peso de alquil éter sulfato;
   b. de un 0,5% a un 5% en peso de carbonato;
   c. de un 5% a un 50% en peso de zeolita;
   d. de un 0,5% a un 3% en peso de estructurante;
   e. de un 1% a un 10% en peso de material de recubrimiento.

2. La composición de alquil éter sulfato sólido altamente activo que fluye libremente conforme a la reivindicación 1, donde la forma sólida son agujas o gránulos.

3. Un proceso para preparar alquil éter sulfatos sólidos altamente activos que fluyen libremente conforme a la reivindicación 1 o la reivindicación 2, que comprende los pasos de:
   (i) alimentación de alquil éter sulfato, zeolita amorfa, carbonato y estructurante al mezclador para formar una mezcla;
   (ii) calentamiento de la mezcla a 80-120 °C, a lo que sigue adición de zeolita cristalina a la mezcla;
   (iii) enfriamiento de la mezcla hasta los 70 °C para obtener la forma sólida de la mezcla; y
   (iv) recubrimiento de la forma sólida con material de recubrimiento.

4. El proceso para preparar alquil éter sulfato altamente activo que fluye libremente conforme a la reivindicación 3 que comprende los pasos de:
   (i) alimentación de la pasta de alquil éter sulfato activo al 70%, zeolita amorfa, carbonato y estructurante al mezclador para formar una mezcla;
   (ii) calentamiento de la mezcla a 80-120 °C, a lo que sigue adición de zeolita cristalina a la mezcla;
   (iii) enfriamiento de la mezcla hasta los 70°C;
   (iv) extrusión, molienda, corte, esferoidización y/o escamación de la mezcla para formar agujas o gránulos; y
   (v) recubrimiento de las agujas o gránulos de alquil éter sulfatos con material de recubrimiento.

5. La composición de alquil éter sulfato sólido altamente activo que fluye libremente de la reivindicación 1 o el proceso de la reivindicación 4, donde las zeolitas son amorfas o cristalinas o una mezcla de las mismas.

6. La composición de alquil éter sulfato sólido altamente activo que fluye libremente de la reivindicación 1 o el proceso de la reivindicación 4, donde las zeolitas amorfas y cristalinas están presentes en una relación de 80:20 a 20:80.

7. La composición de alquil éter sulfato sólido altamente activo que fluye libremente de la reivindicación 1 o el proceso de la reivindicación 4, donde el carbonato y la zeolita están presentes en una relación de 1:10 a 1:50.

8. La composición de alquil éter sulfato sólido altamente activo que fluye libremente de la reivindicación 1 o el proceso de la reivindicación 4, donde el carbonato se selecciona del grupo que consiste en carbonato de metales alcalinotérreos o carbonato de metales alcalinos o sus bicarbonatos o mezclas de los mismos.

9. La composición de alquil éter sulfato sólido altamente activo que fluye libremente de la reivindicación 1 o el proceso de la reivindicación 8, donde el carbonato de metales alcalinos es carbonato de sodio.

10. La composición de alquil éter sulfato sólido altamente activo que fluye libremente de la reivindicación 1 o el proceso de la reivindicación 4, donde el estructurante es azúcar y sus derivados.

11. La composición de alquil éter sulfato sólido altamente activo que fluye libremente de la reivindicación 1 o el proceso de la reivindicación 4, donde el material de recubrimiento es silicatos, preferentemente sílice.

12. La composición de alquil éter sulfato sólido altamente activo que fluye libremente de la reivindicación 1, donde el contenido de humedad es del 0-5% en peso.

13. La composición de alquil éter sulfato sólido altamente activo que fluye libremente de la reivindicación 1, que está coloreada.

14. Un detergente para la colada o una composición detergente para el fregado de platos que comprende la composición de alquil éter sulfato sólido altamente activo que fluye libremente conforme a la reivindicación 1.

15. El uso de la composición de alquil éter sulfato sólido altamente activo que fluye libremente conforme a la reivindicación 1 para la preparación de una composición detergente para la colada o una composición detergente para el fregado de platos.

FIGURA I

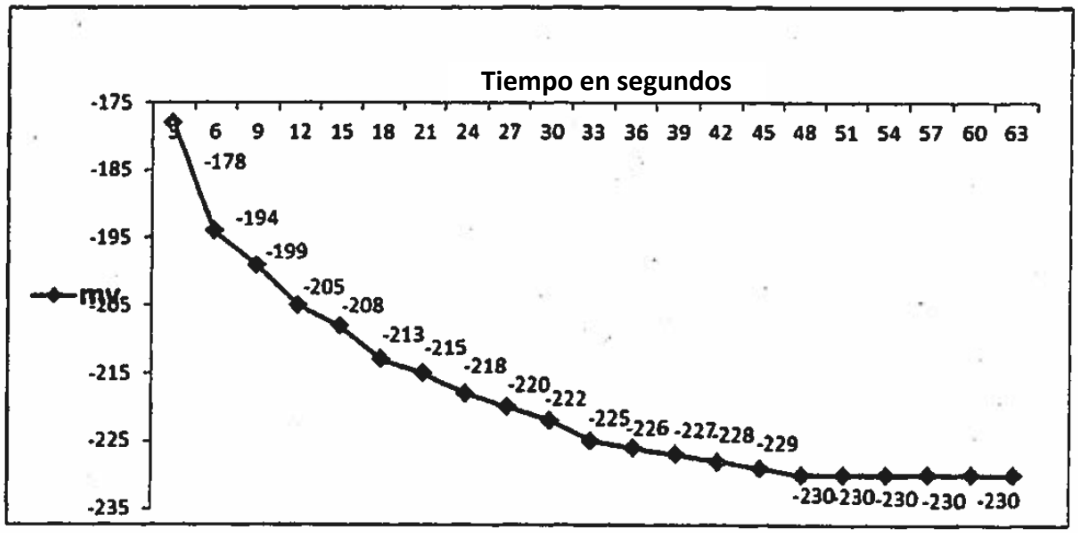

FIGURA II

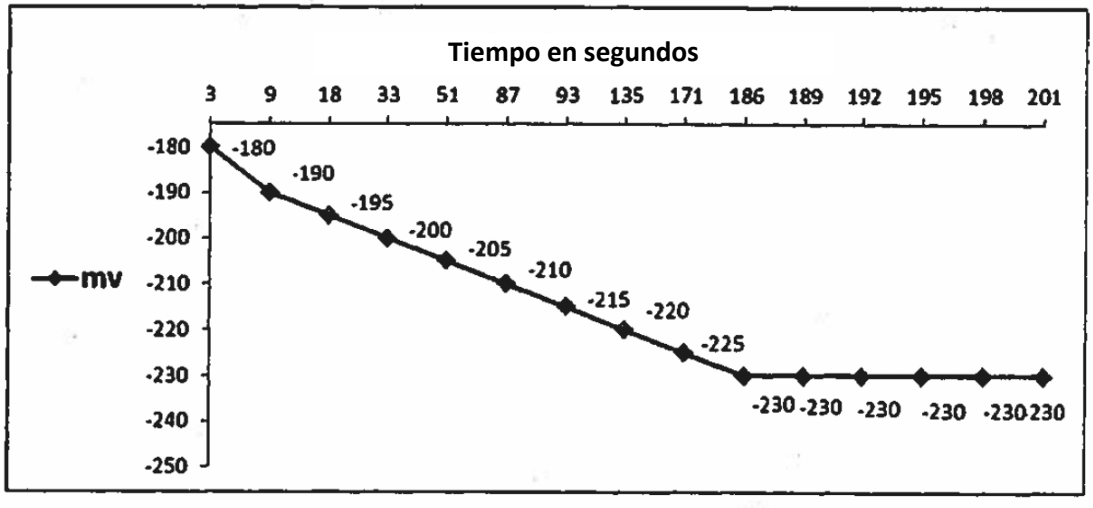

FIGURA III

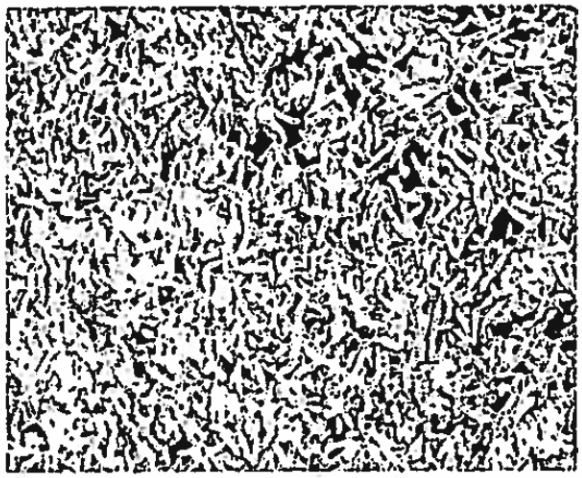

FIGURA IV

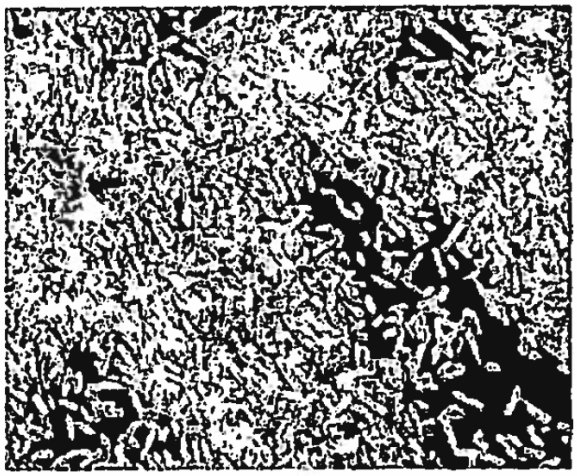
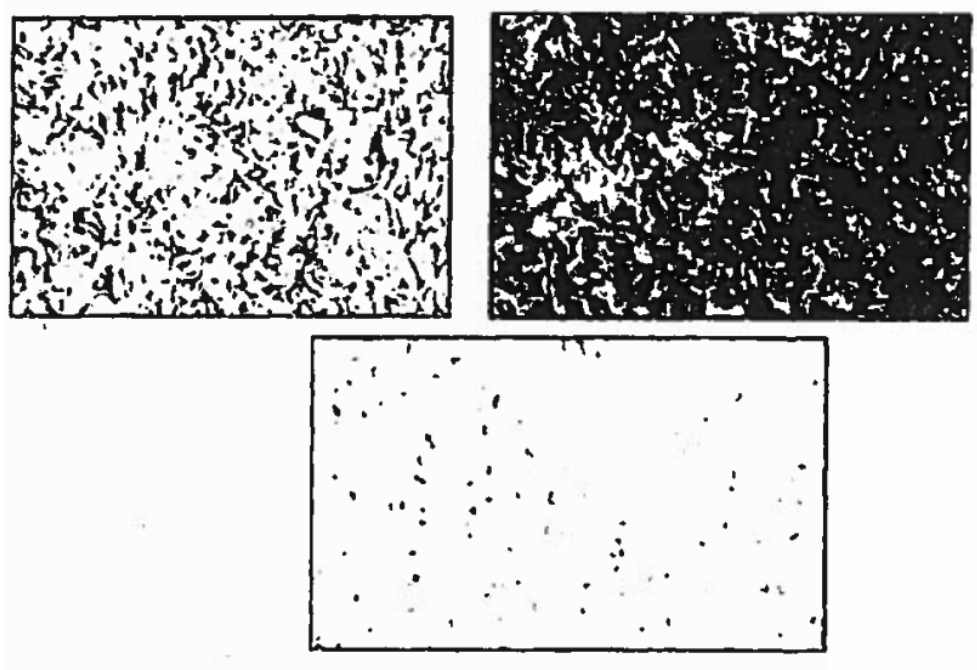
FIGURA V