

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 758 226**

51 Int. Cl.:

C11D 1/02 (2006.01)

C11D 3/20 (2006.01)

C11D 11/00 (2006.01)

C11D 17/06 (2006.01)

C11D 11/02 (2006.01)

C11D 3/12 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **21.06.2017 E 17177087 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **11.09.2019 EP 3301153**

54 Título: **Proceso de preparación de una partícula de detergente para lavado de ropa secada por pulverización**

30 Prioridad:

03.10.2016 EP 16192072

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

04.05.2020

73 Titular/es:

**THE PROCTER & GAMBLE COMPANY (100.0%)
One Procter & Gamble Plaza
Cincinnati, OH 45202, US**

72 Inventor/es:

**TANTAWY, HOSSAM HASSAN;
CARAGAY, JOSE RODEL MABILANGAN y
ROBLES, ERIC SAN JOSE**

74 Agente/Representante:

DEL VALLE VALIENTE, Sonia

ES 2 758 226 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

Proceso de preparación de una partícula de detergente para lavado de ropa secada por pulverización

5 **Campo de la invención**

La presente invención se refiere a un proceso de preparación de una partícula de detergente para lavado de ropa secada por pulverización. Las partículas están prácticamente exentas de sal de silicato y sal de carbonato, y tienen buenas características de partícula, tales como buenas propiedades físicas, resistencia a la compactación, fluidez, así como una buena capacidad de dispensado, disolución y comportamiento en cuanto a residuos en los tejidos (es decir, dejan bajos niveles de residuos sobre los tejidos lavados después del proceso de lavado).

Antecedentes de la invención

15 Existe una tendencia reciente en la industria de la fabricación de detergentes para lavado de ropa a proporcionar un polvo detergente para lavado de ropa que, al disolverse con agua, genera un solución de lavado que tiene un pH de forma típica en el intervalo de 7,0 a 9,0. Los polvos detergentes de lavado de ropa convencionales, hoy en día, después de la disolución con agua, proporcionan un pH de la solución de lavado en el intervalo de 10,5-11,0 y, a veces, mayor. Aunque un pH de lavado alto en estos intervalos típicos proporciona una buena capacidad limpiadora, es difícil proporcionar ventajas para el cuidado de los tejidos. En busca de mejorar la capacidad de cuidado de los tejidos del polvo de detergente para lavado de ropa, los formuladores de detergentes están desarrollando polvo para lavado de ropa que proporciona una solución de lavado de pH bajo. De forma típica, esto requiere la retirada del polvo del conjunto de ingredientes que proporcionan alcalinidad a la solución de lavado. Estos ingredientes son de forma típica sal de carbonato, tal como carbonato de sodio, y sal de silicato, tal como silicato de sodio. Estos ingredientes se formulan, frecuentemente, en el polvo para lavado de ropa, no solo para proporcionar un pH de solución de lavado de ~10,5, sino también para proporcionar buenas propiedades físicas al polvo de lavado de ropa.

La partícula de base de un detergente en polvo para lavado de ropa se prepara, de forma típica, mediante un proceso de secado por pulverización. Durante este proceso, los ingredientes detergentes tales como el tensioactivo detergente, el polímero, la sal de carga, si se usan, se forman en una mezcla acuosa, frecuentemente denominada mezcla de mezclador vertical, y a continuación se secan por pulverización para formar una partícula de detergente para lavado de ropa secada por pulverización. Esta partícula secada por pulverización se puede usar como producto en polvo de detergente para lavado de ropa, o (y más usualmente) la partícula secada por pulverización se mezcla con otros ingredientes, tales como partículas de blanqueador, partículas de enzimas, perfume, y a veces partículas de tensioactivo adicionales y otras partículas añadidas en seco, como partículas de carga, tales como partículas de sulfato de sodio, para formar un polvo de detergente para lavado de ropa totalmente formulado.

La presencia de sal de carbonato y sal de silicato en la partícula de base secada por pulverización, no solo proporciona la alcalinidad utilizada de forma típica por el formulador de detergente para proporcionar una buena limpieza (~10,5), sino que también proporciona buenas características físicas a la partícula de detergente de base secada por pulverización. Dichas características físicas incluyen una buena resistencia a la compactación y buena fluidez.

Sin embargo, los esfuerzos recientes para formular polvo de detergente para lavado de ropa y, por tanto, también polvo de detergente de base secado por pulverización, a un pH más bajo, han llevado a la necesidad de eliminar ingredientes tales como sal de carbonato y sal de silicato del polvo de base secado por pulverización. Esto, a su vez, ha generado problemas de malas propiedades físicas en las partículas secadas por pulverización que se elaboran para usar en estos productos de polvo de detergente de bajo pH.

Se han considerado ingredientes tales como la sílice como sustituto de la sal de carbonato y el silicato en la partícula secada por pulverización. Sin embargo, la sílice es difícil de manejar durante el proceso de fabricación. La densidad muy baja y el pequeño tamaño de partículas de la sílice se traduce en equipos de procesamiento complejos y serán necesarios controles para dosificar la sílice en una mezcla de mezclador vertical de forma previa al secado por pulverización de la mezcla para formar la partícula de base secada por pulverización. El comportamiento de la sílice durante su introducción en el mezclador vertical se describe a menudo como de tipo gaseoso, o de humo o y crea muchos problemas tales como el espolvoreado, y una dosificación precisa.

Los inventores han descubierto que en lugar de introducir sílice como material de partida y de intentar dosificarla en la mezcla del mezclador vertical, la sílice se puede formar *in situ* en la mezcla mediante la reacción de zeolita, que en condiciones de bajo pH forma sílice en medio acuoso. Para ello, el pH de la mezcla de mezclador vertical debe controlarse cuidadosamente para hacer que se produzca esta reacción.

La zeolita se solía utilizar como ingrediente habitual de detergente, frecuentemente, en polvos detergentes para lavado de ropa. Los procesos de fabricación y los modos de incorporación de zeolita en la mezcla de mezclador vertical son bien conocidos. La zeolita adquirió popularidad como agente químico en polvo para detergentes para lavado de ropa durante la transición hacia polvos de detergente para lavado de ropa sin nada de fostato hace unas décadas. En ese momento, la zeolita se usó como un buen sustituto del aditivo reforzante de la detergencia de tipo

fosfato, tal como tripolifosfato de sodio (STPP), y el uso de zeolita en polvo para lavado de ropa aumentó. Se considera que la zeolita es un buen aditivo reforzante de la detergencia. Sin embargo, durante la última década, los fabricantes de polvos para lavado de ropa han ido pasando al uso de polvos detergentes para lavado de ropa bajo en aditivos reforzantes, y el uso de zeolita en polvos para lavado de ropa ha disminuido significativamente.

En lugar de reintroducir la zeolita en el polvo secado por pulverización, los inventores han descubierto que la zeolita puede usarse como un sustrato para formar sílice *in situ* durante el proceso de secado por pulverización. La zeolita se convierte en sílice, y las partículas de lavado de ropa secadas por pulverización resultantes son adecuadas para usar no solo en polvos de lavado de ropa de pH bajo, sino también en polvo para lavado de ropa bajo en aditivos reforzantes. Dado que la zeolita se convierte en sílice durante el proceso de fabricación, la partícula resultante también tiene los perfiles de capacidad de dispensado, disolución y comportamiento en cuanto a residuos en los tejidos de un polvo de detergente para lavado de ropa bajo en aditivos reforzantes, lo que proporciona un medio para producir una partícula secada por pulverización que se puede utilizar para formular un polvo para lavado de ropa de pH bajo que recibe las ventajas debidas a la presencia de sílice, tales como buenas características físicas, pero sin tener todos los problemas que se inducen cuando se intenta dosificar sílice como ingrediente de partida directamente en la mezcla de mezclador vertical. Además, las partículas producidas mediante este proceso también tienen buenos perfiles de dispensado, disolución y comportamiento en cuanto a residuos en los tejidos.

Los documentos EP-0 520 582 A1 y GB-2 106 482 A se relacionan ambos con composiciones detergentes y su proceso de fabricación.

Sumario de la invención

La presente invención se refiere a un proceso para preparar una partícula de detergente para lavado de ropa secada por pulverización, en donde el proceso comprende la etapa de poner en contacto la zeolita con ácido carboxílico orgánico monomérico en una mezcla acuosa, en donde la mezcla acuosa tiene un pH de 4,2 o menos, en donde la mezcla acuosa comprende tensioactivo detergente, en donde la mezcla acuosa está prácticamente exenta de sal de silicato, y en donde la mezcla acuosa está prácticamente exenta de sal de carbonato, en donde la zeolita reacciona con el ácido carboxílico orgánico monomérico para formar sílice, en donde la mezcla acuosa se seca por pulverización para formar una partícula de detergente para lavado de ropa secada por pulverización, donde la partícula comprende: tensioactivo detergente; ácidos orgánicos monoméricos; y sílice, en donde la partícula está prácticamente exenta de sal de silicato, y en donde la partícula está prácticamente exenta de sal de carbonato, en donde la relación de peso de ácido carboxílico orgánico monomérico a zeolita presente en la mezcla acuosa es al menos 1,6.

Descripción detallada de la invención

Proceso de preparación de una partícula de detergente para lavado de ropa secada por pulverización: El proceso para preparar una partícula de detergente para lavado de ropa secada por pulverización comprende el paso de poner en contacto la zeolita con el ácido carboxílico orgánico monomérico en una mezcla acuosa, en donde la mezcla acuosa tiene un pH de 4,2 o menos, en donde la mezcla acuosa comprende tensioactivo detergente, en donde la mezcla acuosa está prácticamente exenta de sal de silicato, y en donde la mezcla acuosa está prácticamente exenta de sal de carbonato, en donde la zeolita reacciona con el ácido carboxílico orgánico monomérico para formar sílice, en donde la mezcla acuosa se seca por pulverización para formar una partícula de detergente para lavado de ropa secada por pulverización, donde la partícula comprende: tensioactivo detergente; ácido carboxílico orgánico monomérico; y sílice, en donde la partícula está prácticamente exenta de sal de silicato, y en donde la partícula está prácticamente exenta de sal de carbonato, en donde la relación de peso de ácido carboxílico orgánico monomérico a zeolita presente en la mezcla acuosa es al menos 1,6.

Las etapas de formación de la mezcla acuosa y el secado por pulverización de la mezcla acuosa se describen más adelante en mayor detalle. El proceso de secado por pulverización puede llevarse a cabo utilizando cualquier equipo típico de secado por pulverización. Normalmente, el equipo incluye un mezclador, llamado de forma típica una mezcla de mezclador vertical. No es infrecuente que los segundos mezcladores o recipientes sean utilizados después del primer mezclador, un ejemplo común de lo cual es un tanque de alimentación. De forma típica, se usan conductos, frecuentemente en combinación con una o más bombas para transferir la mezcla acuosa desde el mezclador a una boquilla, donde la mezcla acuosa se transfiere a continuación a través de la boquilla en una torre de secado por pulverización. Frecuentemente, se utiliza una primera bomba de baja presión, seguida de una segunda bomba de alta presión para transferir la mezcla acuosa a través del conducto.

Formación de una mezcla acuosa: La mezcla acuosa se forma de forma típica poniendo en contacto el tensioactivo detergente, ácido carboxílico orgánico monomérico, zeolita y agua. Es muy preferible que el tensioactivo detergente esté presente cuando la zeolita se pone en contacto con el ácido carboxílico orgánico monomérico. El orden de adición preferido es establecer el contacto del tensioactivo detergente con agua, a continuación el contacto con el ácido carboxílico monomérico y, después, finalmente, el contacto con la zeolita. Es esencial que el pH de la mezcla acuosa sea de 4,2 o menos para que tenga lugar la formación de sílice a partir de la zeolita. La formación de sílice a partir de la zeolita es una reacción dependiente del pH. Se requiere un pH de 4,2 o menos para que la zeolita se disuelva y forme sílice. Preferiblemente, el pH de la mezcla acuosa es de 3,5 o menos. La zeolita reacciona con el

ácido carboxílico orgánico monomérico formando sílice. Controlar la relación de peso de ácido carboxílico orgánico monomérico a zeolita también es una característica preferida de la presente invención.

5 La mezcla acuosa está prácticamente exenta de sal de silicato. La mezcla acuosa también está prácticamente exenta de sal de carbonato. Prácticamente exenta de quiere decir, de forma típica, que no se ha añadido deliberadamente. Tras la formación de sílice controlando el pH de la mezcla acuosa, puede ser útil introducir de nuevo cierta alcalinidad en la mezcla acuosa, dependiendo del pH de la solución de lavado deseado por el formulador del detergente. Sin embargo, no se deben utilizar agentes químicos de alcalinidad tales como sal de carbonato y/o sal de silicato. Los agentes de alcalinidad tales como NaOH son particularmente útiles en este sentido. De forma típica, el polvo detergente para lavado de ropa totalmente formulado para el que se puede incluir la partícula secada por pulverización debe ser tal que tras la disolución con agua a 20 °C y a una concentración de 1 g/l en agua desionizada, tenga un pH en el intervalo de 7,0 a 9,0, preferiblemente de 7,5 a 9,0, o de 7,5 a 8,5. Se considera que este es el pH óptimo de polvo de detergente para lavado de ropa de pH bajo para proporcionar buenas ventajas de cuidado de tejidos proporcionando al mismo tiempo una buena capacidad limpiadora de tejidos. El proceso de la presente invención permite la formación de una partícula secada por pulverización con un perfil de pH bajo, de forma típica mucho más bajo que este pH óptimo para la solución de lavado final.

15 De forma típica, la partícula secada por pulverización tiene un pH de 6,0 o menos, o incluso de 5,0 o menos, o 4,2 o menos, o incluso 3,5 o menos tras la disolución en agua desionizada a una concentración de 1 g/l y una temperatura de 20 °C. Este perfil de pH puede utilizarse todavía cuando se formula un polvo de detergente para lavado de ropa, ya que la partícula secada por pulverización puede combinarse con otros ingredientes para elevar el pH de la solución de lavado hasta el rango de pH ideal arriba descrito (por ejemplo, de 7,0 a 9,5). Por ejemplo, la introducción de blanqueador de percarbonato de sodio en el polvo para lavado de ropa como aditivo en seco para su uso junto con la partícula de base secada por pulverización es una de dichas fuentes de alcalinidad. El formulador de detergente puede tener en cuenta todo este efecto de pH cuando formule su polvo de detergente para lavado de ropa deseado.

20 Secado por pulverización de la mezcla acuosa: De forma típica, el secado por pulverización de la mezcla acuosa comprende las etapas de transferir la mezcla acuosa a través de un conducto que conduce a través de una primera bomba y a continuación a través de una segunda bomba a un determinado número de boquillas de pulverización. La primera bomba es de forma típica una bomba de baja presión, tal como una bomba que es capaz de generar una presión de 3×10^5 a 1×10^6 Pa. De forma típica, la segunda bomba es una bomba de alta presión, tal como una bomba que es capaz de generar una presión de 2×10^6 a 1×10^7 Pa. La presión del conducto en la salida de la primera bomba puede ser inferior a 1×10^6 Pa. Opcionalmente, la suspensión acuosa detergente se transfiere a través de un desintegrador, como un desintegrador suministrado por Hosakawa Micron. De forma típica, se colocan desintegradores entre las bombas. El régimen de flujo de la suspensión acuosa de detergente a lo largo de los conductos está de forma típica en el intervalo de 800 kg/hora a 2000 kg/hora.

25 Una boquilla pulverizadora adecuada es una boquilla T4C8 con sistemas de pulverización. Preferiblemente la suspensión acuosa de detergente está a una temperatura de 60 °C a 130 °C. Las torres de secado por pulverización adecuadas son torres de secado por pulverización de flujo a corriente o de flujo a contracorriente. Preferiblemente, la temperatura del aire de entrada a la torre de secado por pulverización se encuentra en el intervalo de 220 °C a 350 °C. Preferiblemente, la temperatura del aire de escape de la torre de secado por pulverización se encuentra en el intervalo de 60 °C a 100 °C. El polvo secado por pulverización se somete a enfriamiento, por ejemplo, una corriente ascendente de aire. De forma típica, el polvo secado por pulverización se somete a una clasificación de tamaño de partículas para retirar el material demasiado grande (>1,8 mm) para formar un polvo secado por pulverización que es de flujo libre. El material fino (<0,15 mm) se decanta con el aire de escape de la torre de secado por pulverización y se recoge en un sistema de confinamiento de polvo posterior a la torre.

30 Mezcla acuosa: El segundo componente tiene un pH de 4,2 o menos, o de 3,5 o menos. La relación de peso de ácido carboxílico orgánico monomérico a zeolita presente en la mezcla acuosa es al menos 1,6. Con un exceso de ácido carboxílico orgánico monomérico frente a la zeolita se garantiza una buena cinética de reacción de la formación de sílice y también se mantiene y se permite un buen control del pH de la mezcla acuosa.

35 La mezcla acuosa, que también puede denominarse mezcla de mezclador vertical, también puede contener otros ingredientes de detergente adecuados para su inclusión en la partícula de detergente para lavado de ropa secada por pulverización. Los ingredientes adecuados se describen con mayor detalle más adelante en la presente memoria, pero incluyen polímeros, quelantes, tintes tonalizadores, abrillantadores, colorantes y pigmentos. Preferiblemente, la mezcla acuosa comprende polímero de carboxilato.

40 Una composición química preferida de la mezcla acuosa, una vez que la zeolita se ha reaccionado con el ácido carboxílico orgánico monomérico, es tal que la mezcla acuosa comprende: (a) de 20 % en peso a 40 % en peso de agua; (b) de 7,2 % en peso a 24 % en peso de tensioactivo detergente; (c) de 2,4 % en peso a 8 % en peso de ácido carboxílico orgánico monomérico; (d) de 0,3 % en peso a 2,4 % en peso de sílice; (e) opcionalmente, de 1,2 % en peso a 8 % en peso de sulfato de magnesio; (f) opcionalmente, de 0,3 % en peso a 4 % en peso de polímero; y (g) opcionalmente, de 21 % en peso a 64 % en peso de carbonato de sodio.

Partícula de detergente para lavado de ropa secada por pulverización: La partícula comprende; tensioactivo detergente; ácido carboxílico orgánico monomérico; y sílice. La partícula está prácticamente exenta de sal de silicato y la partícula está prácticamente exenta de sal de carbonato. Se pueden incluir otros ingredientes en la partícula y estos ingredientes se describen con más detalle a continuación. Preferiblemente, la partícula comprende: (a) de 12 % en peso a 30 % en peso de tensioactivo detergente; (b) de 4 % en peso a 10 % en peso de ácido carboxílico orgánico monomérico; (c) de 0,5 % en peso a 3 % en peso de sílice; (d) opcionalmente, de 2 % en peso a 10 % en peso de sulfato de magnesio; (e) opcionalmente, de 0,5 % en peso a 5 % en peso de polímero; (d) opcionalmente de 35 % en peso a 80 % en peso de sulfato de sodio; y (g) opcionalmente, de 0 % en peso a 6 % en peso de agua.

Como se ha mencionado anteriormente en la presente memoria, la partícula puede tener un pH de 6,0 o menos, o de 5,0 o menos, o de 4,2 o menos, o de 3,5 o menos tras la disolución en agua desionizada a una concentración de 10 % en peso y a una temperatura de 25 °C. La partícula puede comprender agentes de alcalinidad, un agente de alcalinidad preferido es NaOH.

La partícula puede comprender sulfato de magnesio, preferiblemente, la partícula comprende sulfato de magnesio en forma amorfa.

Ácido carboxílico orgánico monomérico: El ácido carboxílico orgánico monomérico es preferiblemente un ácido policarboxílico orgánico monomérico, con máxima preferencia ácido cítrico. Otros ácidos adecuados incluyen:

ácido fórmico, ácido acético, ácido propiónico, ácido butírico, ácido caprílico y ácido láurico, ácido esteárico, ácido linoleico y ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido cloroacético y ácido cítrico, ácido láctico, ácido glioxílico, ácido acetoacético, ácido oxálico, ácido malónico, ácido adípico y ácido fenilacético, ácido benzoico, ácido salicílico, glicina y alanina, valina, ácido aspártico, ácido glutámico, lisina y fenilalanina, ácido nicotínico, ácido picolínico, ácido fumárico, ácido láctico, ácido benzoico, ácido glutámico; ácido succínico, ácido glicólico. Preferentemente, el ácido orgánico adecuado se selecciona del grupo de ácido cítrico, ácido málico, ácido succínico, ácido láctico, ácido glicólico, ácido fumárico, ácido tartárico y ácidos fórmicos y mezclas de los mismos. Con mayor preferencia, el ácido es ácido cítrico, ácido láctico y ácido tartárico.

Zeolitas: Las zeolitas adecuadas incluyen zeolita tipo 4A, que de forma típica tienen una relación de silicio a aluminio de 1,0. Sin pretender imponer ninguna teoría, los inventores creen que esta relación específica y su estructura resultante permite que el ácido acceda a las moléculas de aluminio, que se desionizan completamente a un pH dado. Puesto que el aluminio está bien distribuido entre las moléculas de silicio, la desionización completa de las moléculas de aluminio requiere la ruptura de las moléculas de silicio que posteriormente forma ácido monosilícico que finalmente precipita como sílice polimerizada. También son adecuados otros tipos de zeolita que experimentan disolución de iones de aluminio; sin embargo, las moléculas de silicio solamente pueden experimentar una disolución parcial. Lo que permite que los iones de silicio terminen por disolverse es la descomposición de los iones de aluminio. Por lo tanto, la ubicación relativa del aluminio con respecto a la molécula de silicio puede ser importante esta relación es la que lo determina. También son adecuadas las zeolitas que tienen una relación de silicio a aluminio de 1,0 a menos de 3,0, y de 1,0 a 1,6, o de 1,0 a 1,2.

Tensioactivo detergente: Un tensioactivo detergente preferido es el alquilbenceno sulfonato. Los tensioactivos detergentes adecuados incluyen tensioactivos detergentes aniónicos, tensioactivos detergentes no iónicos, tensioactivos detergentes catiónicos, tensioactivos detergentes de ion híbrido y tensioactivos detergentes anfóteros. Los tensioactivos detergentes adecuados pueden ser lineales o ramificados, sustituidos o no sustituidos, y se pueden derivar de material petroquímico o biomaterial.

Tensioactivo detergente aniónico: Los tensioactivos detergentes aniónicos adecuados incluyen tensioactivos detergentes de tipo sulfato y sulfonato.

Los tensioactivos detergentes de tipo sulfonato adecuados incluyen metil éster sulfonatos, alfa-olefinsulfonato, alquilbenceno sulfonatos, especialmente alquilbencenosulfonatos, preferiblemente alquilbenceno sulfonato C₁₀₋₁₃. El alkylbenzenesulphonate (alquilbenceno sulfonato - LAS) adecuado preferiblemente se obtiene sulfonando lineal alkylbenzene (alquilbenceno lineal - LAB) comercial; los LAB adecuados incluyen 2-fenil LAB bajo, otros LAB adecuados incluyen 2-fenil LAB alto, tales como los suministrados por Sasol bajo el nombre comercial Hyblene®.

Los tensioactivos detergentes de tipo sulfato adecuados incluyen alquilsulfato, preferiblemente alquilsulfato C₈₋₁₈ o predominantemente alquilsulfato C₁₂.

Un tensioactivo detergente de tipo sulfato preferido es el sulfato alcoxilado de alquilo, preferiblemente sulfato etoxilado de alquilo, preferiblemente un sulfato alcoxilado de alquilo C₈₋₁₈, preferiblemente un sulfato etoxilado de alquilo C₈₋₁₈, preferiblemente el sulfato alcoxilado de alquilo tiene un grado promedio de alcoxilación de 0,5 a 20, preferiblemente de 0,5 a 10, preferiblemente el sulfato alcoxilado de alquilo es un sulfato etoxilado de alquilo C₈₋₁₈ que tiene un grado promedio de etoxilación de 0,5 a 10, preferiblemente de 0,5 a 5, más preferiblemente de 0,5 a 3 y, con máxima preferencia, de 0,5 a 1,5.

El alquilsulfato, el alquilsulfatoalcoxilado y los alquilbenceno sulfonatos pueden ser lineales o ramificados, sustituidos o no sustituidos, y se pueden derivar de material petroquímico o de biomaterial.

Otros tensioactivos deteritivos aniónicos adecuados incluyen alquil éter carboxilatos.

5 Los tensioactivos deteritivos aniónicos adecuados pueden estar en forma de sal, los contraiones adecuados incluyen sodio, calcio, magnesio, aminoalcoholes y cualquier combinación de los mismos. Un contraion preferido es sodio.

10 Tensioactivo deteritivo no iónico: Los tensioactivos deteritivos no iónicos preferidos se seleccionan del grupo que consiste en: alquiletoxilatos C₈-C₁₈, tales como tensioactivos no iónicos NEODOL® de Shell; alcoxilatos de alquilfenol C₆-C₁₂ en donde preferiblemente las unidades alcoxilato son unidades etilenoxi, unidades propilenoxi o una mezcla de las mismas; productos de condensación de alcohol C₁₂-C₁₈ y alquilfenol C₆-C₁₂ con polímeros de bloque de óxido de etileno/óxido de propileno tales como, por ejemplo, Pluronic® de BASF; alquilpolisacáridos, preferiblemente alquilpoliglucósidos; metil éster etoxilados; polihidroxiamidas de ácido graso; tensioactivos de alcohol poli(oxialquilado) terminalmente protegido con éter; y mezclas de los mismos.

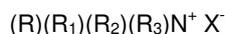
15 Los tensioactivos deteritivos no iónicos adecuados son alquilpoliglucósido y/o un alcohol alcoxilado de alquilo.

20 Los tensioactivos deteritivos no iónicos adecuados incluyen alcohol alcoxilado de alquilo C₈₋₁₈, preferiblemente un alcohol etoxilado de alquilo C₈₋₁₈, preferiblemente el alcohol alquilalcoxilado tiene un grado promedio de alcoxilación de 1 a 50, preferiblemente de 1 a 30, o de 1 a 20 o de 1 a 10, preferiblemente el alcohol alquilalcoxilado es un alcohol etoxilado de alquilo C₈₋₁₈ que tiene un grado promedio de etoxilación de 1 a 10, preferiblemente de 1 a 7, más preferiblemente de 1 a 5 y, con máxima preferencia, de 3 a 7. El alcohol alcoxilado de alquilo puede ser lineal o ramificado y sustituido o no sustituido.

25 Los tensioactivos deteritivos no iónicos adecuados incluyen tensioactivos deteritivos basados en alcoholes secundarios.

Tensioactivo deteritivo catiónico: Los tensioactivos deteritivos catiónicos adecuados incluyen compuestos de alquilpiridinio, compuestos de alquilamonio cuaternario, compuestos de alquilfosfonio cuaternario, compuestos de alquilsulfonio ternario y mezclas de los mismos.

30 Los tensioactivos deteritivos catiónicos preferidos son compuestos de amonio cuaternario que tienen la fórmula general:



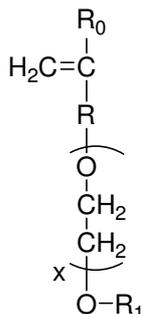
35 en donde R es un resto alquilo o alqueno C₆₋₁₈ lineal o ramificado, sustituido o no sustituido, R₁ y R₂ se seleccionan independientemente de restos metilo o etilo, R₃ es un resto hidroxilo, hidroximetilo o hidroxietilo, X es un anión que proporciona neutralidad de carga, los aniones preferidos incluyen: haluros, preferiblemente cloruro; sulfato; y sulfonato.

40 Tensioactivo deteritivo de ion híbrido: Los tensioactivos deteritivos de ion híbrido adecuados incluyen óxidos de amina y/o betaínas.

45 Polímero de carboxilato: Un polímero de carboxilato adecuado incluye polímeros tales como un copolímero aleatorio de maleato/acrilato o un homopolímero de poli(acrilato). Los polímeros de carboxilato adecuados incluyen: homopolímeros de poli(acrilato) que tienen un peso molecular de 4000 Da a 9000 Da; copolímeros aleatorios de maleato/acrilato que tienen un peso molecular de 30.000 Da a 100.000 Da, o de 50.000 Da a 100.000 Da, o de 60.000 Da a 80.000 Da.

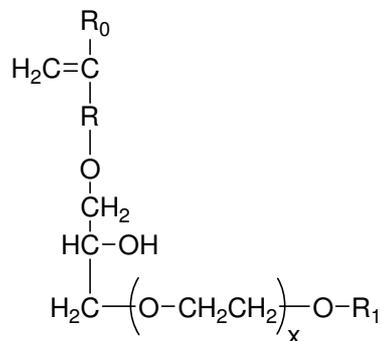
50 Otro polímero de carboxilato adecuado es un copolímero que comprende: (i) de 50 % a menos de 98 % en peso de unidades estructurales derivadas de uno o más monómeros que comprenden grupos carboxilo; (ii) de 1 % a menos de 49 % en peso de unidades estructurales derivadas de uno o más monómeros que comprenden restos sulfonato; y (iii) de 1 % a 49 % en peso de unidades estructurales derivadas de uno más tipos de monómeros seleccionados de monómeros que contienen enlaces éter representados por las fórmulas (I) y (II):

fórmula (I):



en donde, en la fórmula (I), R₀ representa un átomo de hidrógeno o grupo CH₃, R representa un grupo CH₂, grupo CH₂CH₂ o enlace simple, X representa un número 0-5 con la condición de que X represente un número 1-5 cuando R es un enlace simple, y R₁ es un átomo de hidrógeno o grupo orgánico C₁ a C₂₀;

5 fórmula (II)



en donde en la fórmula (II), R₀ representa un átomo de hidrógeno o un grupo CH₃, R representa un grupo CH₂, un grupo CH₂CH₂ o un enlace simple, X representa un número 0-5 y R₁ es un átomo de hidrógeno o un grupo orgánico C₁ a C₂₀.

10 Se puede preferir que el polímero tenga un peso molecular promedio en peso de al menos 30 kDa, o al menos 50 kDa, o incluso de al menos 70 kDa.

15 Producto que puede obtenerse mediante el proceso de la presente invención: El producto que puede obtenerse mediante un proceso según la presente invención tiene características de producto diferentes debido al proceso de fabricación. El producto tiene buenas propiedades físicas, tales como buena resistencia a la compactación y buena fluidez. El producto también tiene buenas propiedades de dispensado, disolución de residuos en los tejidos. Esto es debido a la formación *in situ* de sílice, en comparación con la adición de sílice como material de partida en la mezcla de mezclador vertical.

20 Composición detergente sólida para lavado de ropa en forma de partículas de flujo libre: De forma típica, la partícula secada por pulverización preparada mediante el proceso de la presente invención puede combinarse con otras partículas para formar una composición detergente para lavado de ropa en forma de partículas de flujo libre que es una composición detergente en polvo para lavado de ropa totalmente formulada. De forma típica, la composición sólida comprende una pluralidad de partículas químicamente diferentes, tales como la partícula de detergente de base secada por pulverización junto con una o más partículas de detergente aglomeradas y/o partículas de detergente extrudidas. La partícula secada por pulverización se puede usar en combinación con una o más, de forma típica, dos o más, o cinco o más, o incluso diez o más partículas seleccionadas de: partículas de tensioactivo, incluidos aglomerados de tensioactivo, extrudidos de tensioactivo, agujas de tensioactivo, fideos de tensioactivo, escamas de tensioactivo; partículas de fosfato; partículas de zeolita; partículas de polímero tales como partículas de polímero de carboxilato, partículas de polímero celulósico, partículas de almidón, partículas de poliéster, partículas de poliamina, partículas de polímero de tereftalato, partículas de polietilenglicol; partículas estéticas tales como hebras coloreadas, agujas, partículas lamelares y partículas anulares; partículas de enzima tales como gránulos de proteasa, gránulos de amilasa, gránulos de lipasa, gránulos de celulasa, gránulos de mananasa, gránulos de pectato liasa, gránulos de xiloglucanasa, gránulos de enzima blanqueadora y cogranulados de cualquiera de estas enzimas, preferiblemente, estos granulados de enzimas comprenden sulfato sódico; partículas blanqueadoras, tales como partículas de percarbonato, especialmente partículas de percarbonato recubiertas, tales como percarbonato revestido con sal de carbonato, sal de sulfato, sal de silicato, sal de borosilicato, o cualquier combinación de las mismas, partículas de perborato, partículas de activador del blanqueador tales como partículas de tetracetiletilendiamina y/o partículas de alquioxibencenosulfonato, partículas de catalizador del blanqueador, tales como partículas de catalizador de metales de transición, y/o partículas de catalizador del blanqueador de isoquinolina, partículas de perácido formado previamente, especialmente partículas de perácido formado previamente revestidas; partículas de carga tales como partículas de sal de sulfato y partículas de cloruro; partículas de arcilla tales como partículas de montmorillonita y partículas de arcilla y sílicona; partículas floculantes tales como partículas de poli(óxido de etileno); partículas de cera tales como aglomerados de cera; partículas de sílicona, partículas abrillantadoras; partículas de inhibidor de transferencia de tintes; partículas de fijador de tintes; partículas de perfume tales como microcápsulas de perfume y partículas de acordes de perfume encapsulado en almidón, o partículas de properfume tales como partículas de productos de reacción de bases de Schiff; partículas de matizado de tintes; partículas quelantes tales como aglomerados quelantes; y cualquier combinación de los mismos.

50 La composición puede comprender: partículas de sal de silicato, especialmente partículas de silicato de sodio; y/o partículas de sal de carbonato; especialmente partículas de bicarbonato de sodio; Sin embargo, puede preferirse que la composición esté exenta de sal de silicato, especialmente libre de partículas de silicato de sodio. Sin embargo, puede preferirse que la composición esté exenta de sal de carbonato, especialmente exenta de partículas de silicato de sodio.

Preferiblemente, la composición comprende de 1 % en peso a 10 % en peso de partículas de ácido añadidas en seco, preferiblemente de 2 % en peso a 8 % en peso de partículas de ácido añadidas en seco. Un ácido añadido en seco adecuado es un ácido orgánico, preferiblemente un ácido carboxílico, preferiblemente ácido cítrico.

5 Ingredientes detergentes: Las composiciones detergentes para lavado de ropa adecuadas comprenden un ingrediente detergente seleccionado de: tensioactivo detergente, tales como tensioactivos detergentes aniónicos, tensioactivos detergentes no iónicos, tensioactivos detergentes catiónicos, tensioactivos detergentes de ion híbrido y tensioactivos detergentes anfóteros; polímeros, tales como polímeros de carboxilato, polímeros para la liberación de la suciedad, polímeros antirredeposición, polímeros celulósicos, y polímeros para cuidado de tejidos; blanqueador, tales como fuentes de peróxido de hidrógeno, activadores del blanqueador, catalizadores del blanqueador y perácidos preformados; fotoblanqueante, tal como ftalocianinasulfonada de cinc y/o aluminio; enzimas, tales como proteasas, amilasas, celulasas, lipasas; aditivo reforzante de la detergencia de tipo zeolita; agente reforzante de la detergencia de tipo fosfato; aditivos auxiliares reforzantes de la detergencia, tales como ácido cítrico y citrato; sal de sulfato, tal como sulfato sódico; sal de cloruro, tal como cloruro sódico; 10
15
20
25
30
35
40
45
50
55
60
65

La composición puede comprender: sal de silicato, especialmente silicato de sodio; y/o sal de carbonato, especialmente bicarbonato de sodio y/o carbonato de sodio; Sin embargo, puede preferirse que la composición esté exenta de sal de silicato, especialmente exenta de silicato de sodio. Sin embargo, puede preferirse que la composición esté exenta de sal de carbonato, especialmente exenta de carbonato de sodio y/o bicarbonato de sodio.

La composición puede tener un perfil de pH tal que cuando se diluye en agua desionizada a una concentración de 1 g/l a una temperatura de 20 °C, la composición tiene un pH en el intervalo de 7,0 a 9,0, preferiblemente de 7,0 a 8,5, o incluso de 7,5 a 8,5.

Las composiciones detergentes para lavado de ropa adecuadas pueden tener una capacidad tamponadora baja. Dichas composiciones detergentes para lavado de ropa tienen de forma típica una alcalinidad de reserva a pH 7,5 de menos de 5,0 g NaOH/100 g, preferiblemente menos de 3,0 g NaOH/100 g.

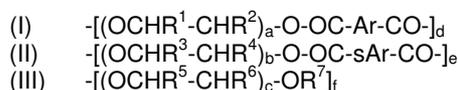
Preferiblemente, la composición está prácticamente exenta de perácido previamente formado. La composición está preferiblemente prácticamente exenta de ácido ftalamido-peroxicaproico. Prácticamente exenta de significa que no se ha añadido deliberadamente.

Tensioactivo detergente: Los tensioactivos detergentes adecuados se han descrito anteriormente en la presente memoria.

Polímero: Los polímeros adecuados incluyen polímeros de carboxilato, polímeros para la liberación de la suciedad; polímeros antirredeposición, polímeros celulósicos, polímeros para el cuidado de tejidos y cualquier combinación de los mismos.

Polímero de carboxilato: Los tensioactivos de tipo carboxilato adecuados se han descrito anteriormente en la presente memoria.

Polímero para la liberación de la suciedad: La composición puede comprender un polímero para la liberación de la suciedad. Un polímero para liberación de la suciedad adecuado tiene la estructura que se define mediante una de las siguientes estructuras (I), (II) o (III):



en donde:

a, b y c son de 1 a 200;

d, e y f son de 1 a 50;

Ar es un fenileno sustituido en 1,4;

sAr es fenileno sustituido en 1,3, sustituido en la posición 5 con SO₃Me;

Me es Li, K, Mg/2, Ca/2, Al/3, amonio, mono-, di-, tri-, o tetraalquilamonio en donde los grupos alquilo son alquilo C₁-C₁₈ o hidroxialquilo C₂-C₁₀, o mezclas de los mismos;

R¹, R², R³, R⁴, R⁵ y R⁶ se seleccionan independientemente de H o n-alquilo o iso-alquilo C₁-C₁₈; y

R⁷ es un grupo alquilo C₁-C₁₈ lineal o ramificado, o un grupo alqueno C₂-C₃₀ lineal o ramificado, o un grupo cicloalquilo con 5 a 9 átomos de carbono, o un grupo arilo de C₆-C₃₀, o un grupo arilalquilo de C₆-C₃₀.

Los polímeros para la liberación de la suciedad se comercializan por Clariant en la serie de polímeros TexCare®, p. ej. TexCare® SRN240 y TexCare® SRA300. Otros polímeros para liberación de la suciedad adecuados se comercializan por Solvay en la serie de polímeros Repel-o-Tex®, p. ej. Repel-o-Tex® SF2 y Repel-o-Tex® Crystal.

Polímero antirredeposición: Los polímeros antirredeposición adecuados incluyen los polímeros de polietilenglicol y/o los polímeros de polietilenimina.

- 5 Los polímeros de polietilenglicol adecuados incluyen copolímero de injerto aleatorio que comprenden: (i) una cadena principal que comprende polietilenglicol; y (ii) cadena(s) lateral(es) hidrófoba(s) seleccionadas del grupo que consiste en: grupo alquilo C₄-C₂₅, polipropileno, polibutileno, éster vinílico de un ácido monocarboxílico de C₁-C₆ saturado, éster alquílico de C₁-C₆ de ácido acrílico o metacrílico, y mezclas de los mismos. Los polímeros de polietilenglicol adecuados tienen una cadena principal de polietilenglicol con cadenas laterales de poli(acetato de vinilo) injertado aleatoriamente. El peso molecular promedio en peso de la cadena principal de polietilenglicol puede estar en el intervalo de 2000 Da a 20.000 Da, o de 4000 Da a 8000 Da. La relación de peso molecular de la cadena principal de polietilenglicol a las cadenas secundarias de poli(acetato de vinilo) puede estar en el intervalo de 1:1 a 1:5, o de 1:1,2 a 1:2. El número promedio de sitios de injerto por unidades de óxido de etileno puede ser inferior a 1, o inferior a 0,8, el número promedio de sitios de injerto por unidades de óxido de etileno puede estar en el intervalo de 0,5 a 0,9, o el número promedio de sitios de injerto por unidades de óxido de etileno puede estar en el intervalo de 0,1 a 0,5, o de 0,2 a 0,4. Un polímero de polietilenglicol adecuado es Sokalan HP22. Los polímeros de polietilenglicol adecuados se describen en WO08/007320.

Polímero celulósico: Los polímeros celulósicos adecuados se seleccionan de alquilcelulosa, alquilalcoxilalquilcelulosa, carboxialquilcelulosa, alquilcarbocilalquilcelulosa, sulfoalquilcelulosa, seleccionados más preferiblemente entre carboximetilcelulosa, metilcelulosa, metil hidroxietilcelulosa, metil carboximetilcelulosa, y mezclas de los mismos.

Las carboximetilcelulosas adecuadas tienen un grado de sustitución de carboximetilo de 0,5 a 0,9 y un peso molecular de 100.000 Da a 300.000 Da.

- 25 Las carboximetilcelulosas adecuadas tienen un grado de sustitución superior a 0,65 y un grado de bloqueo superior a 0,45, p. ej., como se describe en WO09/154933.

Polímeros para el cuidado del tejido: Los polímeros para el cuidado del tejido adecuados incluyen polímeros celulósicos que están modificados catiónicamente o modificados hidrofóbicamente. Dichos polímeros celulósicos modificados pueden proporcionar ventajas antiabrasión y ventajas de bloqueo de tintes para el tejido durante el ciclo de lavado. Los polímeros celulósicos adecuados incluyen hidroxietilcelulosa modificada catiónicamente.

Otros polímeros para el cuidado del tejido adecuados incluyen polímeros de bloqueo de tintes, por ejemplo, el oligómero de condensación producido mediante la condensación de imidazol y epiclorhidrina, preferiblemente en una relación de 1:4:1. Un polímero de bloqueo de tintes comercial es Polyquart® FDI (Cognis).

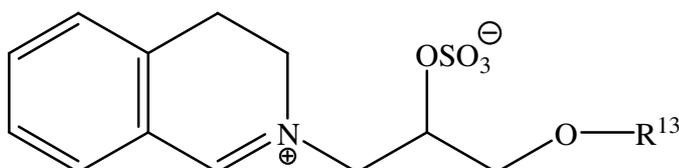
Otros polímeros para el cuidado del tejido adecuados incluyen aminosilicona, que pueden proporcionar ventajas de tacto para el tejido y ventajas de retención de forma.

- 40 Blanqueador: Los blanqueadores adecuados incluyen fuentes de peróxido de hidrógeno, activadores del blanqueador, catalizadores del blanqueador, perácidos preformados y cualquier combinación de los mismos. Un blanqueador especialmente adecuado incluye una combinación de una fuente de peróxido de hidrógeno con un activador del blanqueador y/o un catalizador del blanqueador.

- 45 Fuente de peróxido de hidrógeno: Las fuentes de peróxido de hidrógeno adecuadas incluyen perborato sódico y/o percarbonato sódico.

Activador del blanqueador: Los activadores del blanqueador adecuados incluyen tetraacetilendiamina y/p alquioxibencenosulfonato.

Catalizador del blanqueador: La composición puede comprender un catalizador del blanqueador. Los catalizadores del blanqueador adecuados incluyen catalizadores del blanqueador de tipo oxaziridinio, catalizadores del blanqueador de metales de transición, especialmente catalizadores del blanqueador de manganeso y hierro. Un catalizador del blanqueador adecuado tiene una estructura que corresponde a la fórmula general siguiente:



en donde R¹³ se selecciona del grupo que consiste en 2-etilhexilo, 2-propilheptilo, 2-butiloctilo, 2-pentilnonilo, 2-hexildecilo, n-dodecilo, n-tetradecilo, n-hexadecilo, n-octadecilo, iso-nonilo, iso-decilo, iso-tridecilo e iso-pentadecilo.

- Perácido previamente formado: Los perácidos preformados adecuados incluyen ácido ftalimido-peroxicaproico.

Enzimas: Las enzimas adecuadas incluyen lipasas, proteasas, celulasas, amilasas, y cualquier combinación de las mismas.

5 Proteasa: Las proteasas adecuadas incluyen metaloproteasas y/o serina proteasas. Los ejemplos de proteasas neutras o alcalinas adecuadas incluyen: subtilisinas (EC 3.4.21.62); proteasas de tipo tripsina o de tipo quimiotripsina; y metaloproteasas. Las proteasas adecuadas incluyen mutantes modificados química o genéticamente de las proteasas adecuadas anteriormente mencionadas.

10 Las enzimas proteasas adecuadas comerciales incluyen las que se venden con los nombres comerciales Alcalase®, Savinase®, Primase®, Durazym®, Polarzyme®, Kannase®, Liquezyme®, Liquezyme Ultra®, Savinase Ultra®, Ovozyme®, Neutrase®, Everlase® y Esperase® de Novozymes A/S (Dinamarca), las comercializadas con los nombres comerciales Maxatase®, Maxacal®, Maxapem®, la serie Preferenz P® de proteasas incluidas Preferenz® P280, Preferenz® P281, Preferenz® P2018-C, Preferenz® P2081-WE, Preferenz® P2082-EE y Preferenz® P2083-A/J, Properase®, Purafect®, Purafect Prime®, PurafectOx®, FN3®, FN4®, Excellase® y Purafect OXP® de DuPont, las comercializadas con los nombres comerciales Opticlean® y Optimase® por Solvay Enzymes, las comercializadas por Henkel/Kemira, concretamente BLAP (secuencia mostrada en la Figura 29 de US-5.352.604 con las siguientes mutaciones S99D + S101 R + S103A + V104I + G159S, denominada a continuación en la presente memoria como BLAP), BLAP R (BLAP con S3T + V4I + V199M + V205I + L217D), BLAP X (BLAP con S3T + V4I + V205I) y BLAP F49 (BLAP con S3T + V4I + A194P + V199M + V205I + L217D) - todas de Henkel/Kemira; y KAP (subtilisina de *Bacillus alkalophilus* con mutaciones A230V + S256G + S259N) de Kao.

Una proteasa adecuada se describe en WO11/140316 y WO11/072117.

25 Amilasa: Las amilasas adecuadas se derivan de la alfa amilasa AA560 endógena a *Bacillus* sp. DSM 12649, que tienen preferiblemente las siguientes mutaciones: R118K, D183*, G184*, N195F, R320K, y/o R458K. Las amilasas comerciales incluyen Stainzyme®, Stainzyme® Plus, Natalasa, Termamyl®, Termamyl® Ultra, Liquezyme® SZ, Duramyl®, Everest® (todas de Novozymes) y Spezyme® AA, la serie de amilas Preferenz S®, Purastar® y Purastar® Ox Am, Optimize® HT Plus (todas de Du Pont).

30 Una amilasa adecuada se describe en WO06/002643.

Celulasa: Las celulasas adecuadas incluyen las de origen bacteriano o fúngico. También son adecuados los mutantes modificados químicamente u obtenidos mediante ingeniería de proteínas. Las celulasas adecuadas incluyen celulasas de los géneros *Bacillus*, *Pseudomonas*, *Humicola*, *Fusarium*, *Thielavia*, *Acremonium*, p. ej., las celulasas fúngicas producidas a partir de *Humicola insolens*, *Myceliophthora thermophila* y *Fusarium oxysporum*.

40 Las celulasas comerciales disponibles incluyen Celluzyme®, Carezyme®, y Carezyme® Premium, Celluclean® y Whitezyme® (Novozymes A/S), la serie de enzimas Revitalenz® (Du Pont), y la serie de enzimas Biotouch® (AB Enzymes). Las celulasas comerciales adecuadas incluyen Carezyme® Premium, Celluclean® Classic. Las celulasas adecuadas se describen en WO07/144857 y WO10/056652.

45 Lipasa: Las lipasas adecuadas incluyen las de origen bacteriano, fúngico o sintético, y variantes de las mismas. También son adecuados los mutantes modificados químicamente u obtenidos mediante ingeniería de proteínas. Los ejemplos de lipasas adecuadas incluyen lipasas derivadas de *Humicola* (sinónimo *Thermomyces*), p. ej., de *H. lanuginosa* (*T. lanuginosus*).

50 La lipasa puede ser una "lipasa de primer ciclo", p. ej., tal como la descrita en WO06/090335 y WO13/116261. En un aspecto, la lipasa es una lipasa de primer lavado, preferiblemente una variante de la lipasa natural procedente de *Thermomyces lanuginosus* que comprende las mutaciones T231R y/o N233R. Las lipasas preferidas incluyen las comercializadas con los nombres comerciales Lipex®, Lipolex® y Lipoclean® de Novozymes, Bagsvaerd, Dinamarca.

Otras lipasas adecuadas incluyen: Liprl 139, p. ej., como se describe en WO2013/171241; y TfuLip2, p. ej., como se describe en WO2011/084412 y WO2013/033318.

55 Otras enzimas: Otras enzimas adecuadas son enzimas blanqueadoras, tales como peroxidasas/oxidadas, que incluyen las de origen vegetal, bacteriano o fúngico, y variantes de las mismas. Las peroxidasas comerciales incluyen Guardzyme® (Novozymes A/S). Otras enzimas adecuadas incluyen las colina oxidadas y las perhidrolasas, tales como las que se utilizan en Gentle Power Bleach™.

60 Otras enzimas adecuadas incluyen las pectato liasas comercializadas con los nombres comerciales X-Pect®, Pectaway® (de Novozymes A/S, Bagsvaerd, Dinamarca) y PrimaGreen® (DuPont) y mananasas comercializadas con los nombres comerciales Mannaway® (Novozymes A/S, Bagsvaerd, Dinamarca), y Mannastar® (Du Pont).

65 Aditivo reforzante de la detergencia de tipo zeolita: La composición puede comprender un aditivo reforzante de la detergencia de tipo zeolita. La composición puede comprender de 0 % en peso a 5 % en peso de aditivo reforzante

de la detergencia de tipo zeolita, o 3 % en peso de aditivo reforzante de la detergencia de tipo zeolita. La composición puede incluso estar sustancialmente exenta de aditivo reforzante de la detergencia de tipo zeolita; prácticamente exento significa “no añadido deliberadamente”. Los aditivos reforzantes de la detergencia de tipo zeolita típicos incluyen, zeolita A, zeolita P y zeolita MAP.

Agente reforzante de la detergencia de tipo fosfato: La composición puede comprender un aditivo reforzante de la detergencia de tipo fosfato. La composición puede comprender de 0 % en peso a 5 % en peso de agente reforzante de la detergencia de tipo fosfato, o hasta 3 % en peso, de agente reforzante de la detergencia de tipo fosfato. La composición puede incluso estar sustancialmente exenta de agente reforzante de la detergencia de tipo fosfato; prácticamente exento significa “no añadido deliberadamente”. Un aditivo reforzante de la detergencia de tipo fosfato típico es el tri-polifosfato sódico.

Sal de carbonato: La composición puede comprender sal de bicarbonato. La composición puede comprender de 0 % en peso a 5 % en peso de sal de carbonato. La composición puede incluso estar prácticamente exenta de sal de carbonato; prácticamente exento significa “no añadido deliberadamente”. Las sales de carbonato adecuadas incluyen carbonato sódico y bicarbonato sódico.

Sal de silicato: La composición puede comprender sal de silicato. La composición puede comprender de 0 % en peso a 5 % en peso de sal de silicato. La composición puede incluso estar prácticamente exenta de sal de silicato; prácticamente exento significa “no añadido deliberadamente”. Una sal de silicato preferida es silicato de sodio, son especialmente preferidos los silicatos de sodio que tienen una relación $\text{Na}_2\text{O}:\text{SiO}_2$ de 1,0 a 2,8, preferiblemente de 1,6 a 2,0.

Sal de sulfato: Una sal de sulfato adecuada es sulfato sódico.

Abrillantador: Los abrillantadores fluorescentes adecuados incluyen: compuestos de diesterilfibejilo, p. ej. Tinopal® CBS-X, compuestos de ácido diaminoestilbenodisulfónico, p. ej. Tinopal® DMS pure Xtra y Blankophor® HRH, y compuestos de pirazolina, p. ej. Blankophor® SN, y compuestos de cumarina, p. ej. Tinopal® SWN.

Los abrillantadores preferidos son: 2 (4-estiril-3-sulfofenil)-2H-nafto[1,2-d]triazol sodio, 4,4'-bis{[(4-anilino-6-(N-metil-2-hidroxi-etilamino)-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. Un abrillantador fluorescente adecuado es C.I. Fluorescent Brightener 260, que se puede usar en sus formas cristalinas alfa o beta, o una mezcla de estas formas.

Quelante: La composición también comprende un quelante seleccionado de: dietilen-triamino-pentaacetato, ácido dietilen-triamino-penta(metilenfosfónico), ácido etilendiamino-N'N'-disuccínico, etilendiamino-tetraacetato, ácido etilendiamino tetra(metilenfosfónico) y ácido hidroxietano di(metilenfosfónico). Un quelante preferido es el ácido etilendiamina-N'N'-disuccínico (EDDS) y/o ácido hidroxietanodifosfónico (HEDP). La composición comprende preferiblemente ácido etilendiamina-N'N'-disuccínico, o sales del mismo. Preferiblemente, el ácido etilendiamina-N'N'-disuccínico está en la forma enantiomérica S,S. Preferiblemente, la composición comprende la sal disódica del ácido 4,5-dihidroxi-m-bencenodisulfónico. Los quelantes preferidos también pueden funcionar como inhibidores del crecimiento de cristales de carbonato de calcio tales como: ácido 1-hidroxietanodifosfónico (HEDP) y sales de los mismos; ácido N,N-dicarboximetil-2-aminopentano-1,5-dioico y sales de los mismos; ácido 2-fosfonobutan-1,2,4-tricarboxílico y sales de los mismos; y combinaciones de los mismos.

Agente de matizado: Los agentes de matizado adecuados incluyen tintes de molécula pequeña, comprendidos de forma típica en las clasificaciones del ColourIndex, C.I.) (Índice de color) de tintes Acid, Direct, Basic, Reactive (incluidas las formas hidrolizadas de los mismos) o Solvent o Disperse, por ejemplo, clasificados como Blue, Violet, Red, Green o Black, y que proporcionan el tono deseado tanto solo como en combinación. Dichos agentes de matizado preferidos incluyen Acid Violet 50, Direct Violet 9 66 y 99, Solvent Violet 13 y cualquier combinación de los mismos.

Se conocen muchos agentes de matizado, que están descritos en la técnica, y se pueden utilizar en la presente invención, tales como los agentes de matizado descritos en WO2014/089386.

Los agentes de matizado adecuados incluyen ftalocianina y conjugados de tintes azo, tal como se describe en WO2009/069077.

Los agentes de matizado adecuados pueden estar alcoxilados. Estos compuestos alcoxilados se pueden producir mediante síntesis orgánica que puede producir una mezcla de moléculas con diferentes grados de alcoxilación. Dichas mezclas se pueden usar directamente para proporcionar el agente de matizado, o se pueden someter a una etapa de purificación para aumentar la proporción de la molécula diana. Los agentes de matizado adecuados incluyen los tintes biazalcoxilados, tales como se describen en WO2012/054835, y/o los tintes de azotiofenalcoxilados, tal como se describen en WO2008/087497 y WO2012/166768.

El agente de matizado puede incorporarse a la composición detergente como parte de una mezcla de reacción que es el resultado de la síntesis orgánica de una molécula de tinte, con etapa(s) de purificación opcionales. Dichas

mezclas de reacción comprenden por lo general la propia molécula de tinte y, además pueden comprender materiales de partida sin reaccionar y/o subproductos de la ruta de síntesis orgánica. Los agentes de matizado adecuados se pueden incorporar a las partículas de tinte matizador, tal como se describe en WO 2009/069077.

5 Inhibidores de transferencia de colorantes: Los inhibidores de transferencia de tintes adecuados incluyen polímeros de N-óxido de poliamina, copolímeros de N-vinilpirrolidona y N-vinilimidazol, polivinilpirrolidona, poliviniloxazolidona, polivinilimidazol y mezclas de los mismos. Los preferidos son poli(vinilpirrolidona), poli(vinilpiperidina), poli(N-óxido de vinilpiridina), poli(vinil pirrolidona-vinil imidazol) y mezclas de los mismos. Los inhibidores de transferencia de tintes comerciales adecuados incluyen PVP-K15 y K30 (Ashland), Sokalan® HP165, HP50, HP53, HP59, HP56K, HP56, HP66 (BASF), Chromabond® S-400, S403E y S-100 (Ashland).

15 Perfume: Los perfumes adecuados comprenden materiales de perfume seleccionados del grupo: (a) materiales de perfume que tienen un ClogP inferior a 3,0 y un punto de ebullición inferior a 250 °C (materiales de perfume del cuadrante 1); (b) materiales de perfume que tienen un ClogP inferior a 3,0 y un punto de ebullición de 250 °C o superior (materiales de perfume del cuadrante 2); (c) materiales de perfume que tienen un ClogP de 3,0 o superior y un punto de ebullición inferior a 250 °C (materiales de perfume del cuadrante 3); (d) materiales de perfume que tienen un ClogP de 3,0 o superior y un punto de ebullición de 250 °C o superior (materiales de perfume del cuadrante 4); y (e) mezclas de los mismos.

20 Puede ser preferible que el perfume esté en forma de tecnología de suministro de perfume. Dichas tecnologías de suministro estabilizan y potencian de forma adicional la deposición y liberación de materiales de perfume desde el tejido lavado. Dichas tecnologías de suministro de perfume se pueden utilizar también para aumentar de forma adicional la duración de la liberación de perfume desde el tejido lavado. Las tecnologías de suministro de perfume adecuadas incluyen: microcápsulas de perfume, precursor de perfume, suministro asistido mediante polímeros, suministro asistido mediante moléculas, suministro asistido mediante fibras, suministro asistido mediante aminas, ciclodextrina, acorde encapsulado en almidón, zeolita y otro vehículo inorgánico, y cualquier mezcla de los mismos. Una microcápsula de perfume adecuada se describe en WO2009/101593.

30 Silicona: Las siliconas adecuadas incluyen polidimetilsiloxano y aminosiliconas. Las siliconas adecuadas se describen en WO05075616.

Ejemplos

Proceso para elaborar composiciones de gránulos secados por pulverización - Efecto del pH de la suspensión en el procesamiento y en la calidad del polvo:

35 Se preparó la suspensión acuosa de detergente A añadiendo primero agua a un recipiente para preparación de suspensiones (mezclador vertical). El mezclador vertical se configuró a continuación a una agitación suficiente mientras se añadía el resto de los ingredientes uno tras otro usando la siguiente secuencia de adición:

- 40 1. Pasta LAS
 2. Ácido cítrico
 3. Sal de polímero acrílico-maleico
 4. Aditivo reforzante de la detergencia de tipo aluminosilicato, tipo 4A
45 5. Sulfato de magnesio
 6. Sulfato de sodio

50 Se añadió pasta de LAS de un pH de 9 a 11,5 al agua que se agitaba suficientemente en el mezclador vertical. Después se añadió ácido cítrico, seguido del polímero y después la zeolita. Se añadió zeolita a la mezcla ácida, comprobando su correcta dispersión para permitir su disolución. La mezcla resultante en este momento debe tener un pH inferior a 4,2. En este entorno ácido, la zeolita se desaluminó y seguidamente tuvo lugar la descomposición del silicio que posteriormente precipitaría como una sílice amorfa. La suspensión se mezcló hasta obtener una dispersión suficiente de todos los ingredientes con un pH final de 3,5, medido como una solución al 10 % utilizando agua desionizada a 25 °C. Se alcanzó una temperatura final de la suspensión de lote de 85 °C utilizando inyección directa de vapor (vapor saturado a una presión de $6,0 \times 10^5$ Pa) al mezclador vertical. La mezcla de suspensión se transfirió a un recipiente de mezclado más grande antes de bombearla y atomizarla a la torre de secado por pulverización.

60 La suspensión B de detergente acuosa se preparó añadiendo primero la solución cáustica al agua en un mezclador vertical suficientemente agitado. El resto de los materiales se añaden siguiendo la misma secuencia de adición utilizada para preparar la suspensión acuosa detergente A. En esta mezcla, el pH de la suspensión fue considerablemente mayor que para la suspensión A durante todo el proceso de mezclado para garantizar que la zeolita permaneciera en su forma cristalina.

		<u>Todas las cantidades de ingredientes proporcionadas a continuación son en % en peso</u>			
<u>Componente</u>	<u>Actividad</u>	<u>(A - invención)</u> <u>Suspensión acuosa (partes en peso)</u>		<u>(B - comparativa)</u> <u>Suspensión acuosa (partes en peso)</u>	
		<u>Antes de la disolución de la zeolita</u>	<u>Después de la disolución de la zeolita</u>	<u>Antes de la neutralización</u>	<u>Después de la neutralización</u>
LAS	45 % peso ac.	31,0675	31,0675	31,4001	31,4001
Ácido cítrico	100 % peso anhidro	4,7796	4,7796	4,8308	NA
Citrato trisódico		NA	NA	NA	6,4917
Sal de polímero acrílico-maleico	40 % peso ac.	2,6885	2,6885	2,7173	2,7173
Sulfato de magnesio	100 % peso anhidro	2,9629	2,9629	2,9946	2,9946
Aditivo reforzante de la detergencia de tipo aluminosilicato	polvo 80 % en peso	2,7226	NA	2,7517	2,7517
Sílice amorfa	100 % peso anhidro	NA	0,7161	NA	NA
Varios	100 % peso anhidro	NA	1,4620	NA	NA
Sulfato de sodio	100 % peso anhidro	44,4112	44,4112	40,7582	40,7582
Hidróxido sódico	50 % peso ac.	NA	NA	6,2305	NA
Agua		11,3676	11,9121	8,3167	12,8864
<u>Partes suspensión acuosa</u>		100,000	100,000	100,000	100,0000

Las suspensiones atomizadas se secaron, enfriaron y tamizaron para eliminar el material de tamaño excesivo (>1,8 mm) para formar polvo secado por pulverización. Se decantó el material fino (<0,15 mm) con el aire de escape de la torre de secado por pulverización y se recogió en un sistema de confinamiento posterior a la torre.

5

Polvos secados por pulverización:

		<u>Todas las cantidades de ingredientes proporcionadas a continuación son en % en peso</u>	
<u>Ingredientes</u>		<u>(A - invención)</u> <u>pH bajo</u>	<u>(B - comparativa)</u> <u>pH alto</u>
LAS	100 % peso anhidro	19,5000	19,5000
Ácido cítrico	100 % peso anhidro	6,6667	-
Citrato trisódico	100 % peso anhidro	-	8,9588
Sal de polímero acrílico-maleico	100 % peso anhidro	1,5000	1,5000
Sulfato de magnesio	100 % peso anhidro	4,0500	4,0500
Aditivo reforzante de la detergencia de tipo aluminosilicato (Zeolita)	100 % peso anhidro	-	3,000
Sílice amorfa	100 % peso anhidro	0,9863	-
Sulfato de sodio	100 % peso anhidro	64,202	60,9948
Otros		1,095	-
Agua	-	2,0000	2,0000
<u>Partes totales</u>		<u>100,0000</u>	<u>100,0000</u>

10 A continuación se midieron el pH y la resistencia a la compactación de los polvos secados por pulverización según el método descrito a continuación. La resistencia a la compactación en el caso comparativo B tiene una resistencia a la compactación inaceptablemente alta. Un caso A que representa la invención tiene una resistencia a la compactación baja aceptable.

<u>Medidas</u>	<u>Unidades</u>	<u>(A - invención)</u> <u>pH bajo</u>	<u>(B - comparativa)</u> <u>pH alto</u>
Resistencia a la compactación	Kg f	1,25	3,27
pH, solución al 10 % a 25 C		3,63	8,61

15

Método para medir la resistencia a la compactación:

5 Se apoya un cilindro de plástico liso con diámetro interno de 6,35 cm y longitud de 15,9 cm en una placa base adecuada. Se taladra un orificio de 0,65 cm a través del cilindro con el centro del orificio estando a 9,2 cm desde el extremo opuesto de la placa base.

10 Se introduce un pasador de metal a través del orificio y se coloca un manguito de plástico liso con un diámetro interno de 6,35 cm y una longitud de 15,25 cm alrededor del cilindro interno de tal manera que el manguito pueda moverse libremente hacia arriba y hacia abajo del cilindro y descansa en el pasador de metal. Entonces se llena el espacio dentro del manguito (sin darle golpes o una vibración excesiva) con el polvo secado por pulverización de tal manera que el polvo secado por pulverización quede al mismo nivel que la parte superior del manguito. Se coloca una tapa en la parte superior del manguito y se coloca un peso de 5 kg sobre la tapa. Entonces se tira del pasador hacia fuera y se deja que el polvo secado por pulverización se compacte durante 2 minutos. Después de 2 minutos se retira el peso, se baja el manguito para dejar expuesta la torta de polvo con la tapa permaneciendo en la parte superior del polvo.

15 Entonces se baja una sonda de metal a 54 cm/min de tal manera que entre en contacto con el centro de la tapa y la rompa. La fuerza máxima requerida para romper la torta se registra y es el resultado de la prueba. Una resistencia a la compactación de 0 N se refiere a la situación en la que no se forma ninguna torta.

20 Las dimensiones y valores descritos en la presente memoria no deben entenderse como estrictamente limitados a los valores numéricos exactos indicados. Sino que, salvo que se indique lo contrario, debe considerarse que cada dimensión significa tanto el valor indicado como un intervalo funcionalmente equivalente en torno a ese valor. Por ejemplo, una dimensión descrita como “40 mm” se refiere a “aproximadamente 40 mm”.

REIVINDICACIONES

1. Un proceso de preparación de una partícula de detergente para lavado de ropa secada por pulverización, en donde el proceso comprende la etapa de poner en contacto la zeolita con ácido carboxílico orgánico monomérico en una mezcla acuosa, en donde la mezcla acuosa tienen un pH de 4,2 o menos, en donde la mezcla acuosa comprende tensioactivo detergente, en donde la mezcla acuosa está prácticamente exenta de sal de silicato, y en donde la mezcla acuosa está prácticamente exenta de sal de carbonato, en donde la zeolita reacciona con el ácido carboxílico orgánico monomérico para formar sílice, en donde la mezcla acuosa se seca por pulverización para formar una partícula de detergente para lavado de ropa secada por pulverización, en donde la partícula comprende: tensioactivo detergente; ácido carboxílico orgánico monomérico; y sílice, en donde la partícula está prácticamente exenta de sal de silicato, y en donde la partícula está prácticamente exenta de sal de carbonato, en donde la relación de peso de ácido carboxílico orgánico monomérico a zeolita presente en la mezcla acuosa es al menos 1,6.
2. Un proceso según la reivindicación 1, en donde la mezcla acuosa tienen un pH de 3,5 o menos.
3. Un proceso según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la partícula tiene un pH de 6,0 o menos, tras la disolución en agua desionizada a una concentración de 10 % en peso y una temperatura de 25 °C.
4. Un proceso según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la partícula tiene un pH de 4,2 o menos, tras la disolución en agua desionizada a una concentración de 10 % en peso y una temperatura de 25 °C.
5. Un proceso según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la partícula tiene un pH de 3,5 o menos, tras la disolución en agua desionizada a una concentración de 10 % en peso y una temperatura de 20 °C.
6. Un proceso según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el ácido carboxílico orgánico monomérico es un ácido policarboxílico orgánico monomérico.
7. Un proceso según la reivindicación 6 en donde el ácido policarboxílico orgánico monomérico es ácido cítrico.
8. Un proceso según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el tensioactivo detergente es alquilbenceno sulfonato.
9. Un proceso según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la mezcla acuosa comprende sulfato de magnesio, y en donde la partícula comprende sulfato de magnesio en forma amorfa.
10. Un proceso según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la mezcla acuosa comprende polímero de carboxilato, y donde la partícula comprende polímero de carboxilato.
11. Un proceso según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la partícula comprende:
 - (a) de 12 % en peso a 30 % en peso de tensioactivo detergente;
 - (b) de 4 % en peso a 10 % en peso de ácido carboxílico orgánico monomérico;
 - (c) de 0,5 % en peso a 3 % en peso de sílice;
 - (d) opcionalmente, de 2 % en peso a 10 % en peso de sulfato de magnesio;
 - (e) opcionalmente, de 0,5 % en peso a 5 % en peso de polímero;
 - (f) opcionalmente, de 35 % en peso a 80 % en peso de sulfato de sodio; y
 - (g) opcionalmente, de 0 % en peso a 6 % en peso de agua.
12. Un proceso según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde una vez que la zeolita ha reaccionado con el ácido carboxílico orgánico monomérico, la mezcla acuosa comprende:
 - (a) de 20 % en peso a 40 % en peso de agua;
 - (b) de 7,2 % en peso a 24 % en peso de tensioactivo detergente;
 - (c) de 2,4 % en peso a 8 % en peso de ácido carboxílico orgánico monomérico;
 - (d) de 0,3 % en peso a 2,4 % en peso de sílice;
 - (e) opcionalmente, de 1,2 % en peso a 8 % en peso de sulfato de magnesio;
 - (f) opcionalmente, de 0,3 % en peso a 4 % en peso de polímero; y
 - (g) opcionalmente, de 21 % en peso a 64 % en peso de sulfato de sodio.