



(19)



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 324 202**

(51) Int. Cl.:

C11D 1/28 (2006.01)

C11D 1/83 (2006.01)

C11D 3/08 (2006.01)

C11D 3/10 (2006.01)

C11D 3/386 (2006.01)

C11D 1/65 (2006.01)

C11D 11/02 (2006.01)

(12)

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

(96) Número de solicitud europea: **01937582 .3**

(96) Fecha de presentación : **18.05.2001**

(97) Número de publicación de la solicitud: **1317521**

(97) Fecha de publicación de la solicitud: **11.06.2003**

(54) Título: **Método para la elaboración de compuestos detergentes que comprenden ésteres de ácidos α -sulfo-grasos.**

(30) Prioridad: **19.05.2000 US 574764**
01.11.2000 US 704256

(45) Fecha de publicación de la mención BOPI:
03.08.2009

(45) Fecha de la publicación del folleto de la patente:
03.08.2009

(73) Titular/es: **Huish Detergents, Inc.**
Suite 1400, 15 West South Temple
Salt Lake City, Utah 84101, US

(72) Inventor/es: **Huish, Paul, Danton;**
Jensen, Laurie, A. y
Libe, Pule, B.

(74) Agente: **Carvajal y Urquijo, Isabel**

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

Método para la elaboración de compuestos detergentes que comprenden ésteres de ácidos α -sulfograsos.

5 Antecedentes de la invención

La presente invención está relacionada generalmente con composiciones y métodos agentes tensoactivos para elaborar y usar tales composiciones. Más particularmente, la invención está relacionada con las composiciones que contienen ésteres ácidos α -sulfograsos postagregados con componentes detergentes, y los métodos para elaborar y
10 usar los mismos.

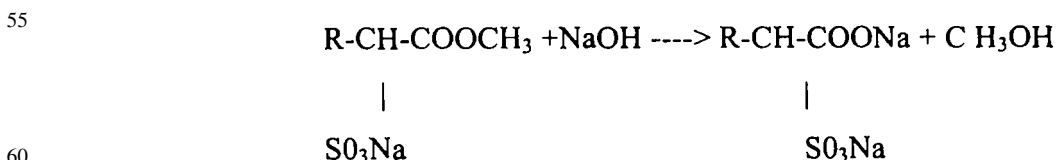
Los jabones elaborados con grasas animales se han utilizado durante muchos años para limpiar platos, utensilios y otros materiales. Más recientemente, se han formulado composiciones de limpieza usando otros agentes tensoactivos para incrementar su nivel de rendimiento en la limpieza. Entre los agentes tensoactivos típicos se incluye el aniónico, el
15 noniónico, el zwitteriónico, el anfótero, el catiónico y los descritos en *Surface Active Agents (Agentes tensoactivos)*. Volúmenes I e II por Schwartz, Perry y Berch (Nueva York, Interscience Publishers), en *Nonionic Surfactants* ed. por M.J. Schick (Nueva York, M. Dekker, 1967), y en *Emulsifiers & Detergents* de McCutcheon (Anual de 1989, M. C. Publishing Co.).

Los agentes tensoactivos aniónicos son un agente tensoactivo preferido para muchos usos de limpieza debido a las propiedades superficiales mejoradas del agente de estos agentes tensoactivos. Se ha desarrollado una variedad de agentes tensoactivos aniónicos para uso en limpieza. Los sulfonatos alquílicos lineales ("LAS") y los sulfonatos del alquil benceno ("ABS") son dos populares agentes tensoactivos aniónicos. Estos agentes tensoactivos se usan solos o conjuntamente con jabones (*es decir*, ácidos grasos), dependiendo de las propiedades de la composición final. Sin
25 embargo, el uso de los ABS como agentes tensoactivos ha caído recientemente en desaprobación debido a su poca biodegradabilidad. El uso de agentes tensoactivos ABS y LAS también se ve desfavorecido para usos con agua dura, donde el poder limpiador de estos agentes tensoactivos disminuye.

Recientemente, el interés en los ésteres ácidos α -sulfograsos (también designados de aquí en adelante como "ácidos sulfograsos") ha aumentado debido a las superiores propiedades de limpieza de estos agentes tensoactivos en agua dura. Por ejemplo, los sulfonatos de éster metílico ("MES") conservan valores más altos de potencia limpiadora que los LAS o los ABS mientras aumenta la dureza del agua. Tal mejora en la limpieza del agua dura es beneficiosa porque
30 permite que este agente tensoactivo sea utilizado en una variedad más amplia de usos de limpieza. Esta "tolerancia" al agua dura es también beneficiosa porque el agua dura se utiliza en muchas áreas del mundo para la limpieza.

El uso de ésteres ácidos α -sulfograsos no ha sido, sin embargo, extensamente aceptado debido a varias desventajas de tales ácidos sulfograsos. Los ésteres ácidos α -sulfograsos se fabrican típicamente como sales. Las sales de ésteres ácidos α -sulfograsos son típicamente una mezcla de formas de sal (*p.ej.* las mono y las di-sales). Por ejemplo, MES tiene formas de mono y de di-sal (*es decir* MES monosódico y MES disódico), mientras que las mono-sales de ésteres
40 ácidos α -sulfograsos tienen las propiedades deseadas del agente tensoactivo, las di-sales tienen varias propiedades indeseables que degradan el rendimiento de la composición resultante. Por ejemplo, el punto Kraft de una di-sal sulfonato de éster metílico C_{16} ("MES") es 65°C , en comparación con los 17°C de la forma mono-sal de MES C_{16} . (El punto Kraft es la temperatura en la cual la solubilidad de un agente tensoactivo iónico llega a ser igual a su concentración crítica de micela; debajo del punto Kraft, los agentes tensoactivos forman precipitados en lugar de micelas). Unas partes más elevadas de di-sal causan más precipitación. La presencia de grandes cantidades de di-sales en éster ácido α -sulfograso, por lo tanto, da lugar a un producto éster ácido α -sulfograso de una peor calidad, caracterizado por un rendimiento degradado y menor flexibilidad de uso.

Un problema relacionado es que esas di-sales surgen de la hidrólisis del éster ácido α -sulfograso durante el almace-
50 naje y en formulaciones de detergentes. Particularmente, las mono-sales del éster ácido α -sulfograso se hidrolizan en presencia de la humedad y de componentes detergentes que contienen álcali para formar las di-sales. Por ejemplo, el MES monosódico reacciona con la soda cáustica (NaOH) en presencia de la humedad para formar una di-sal siguiendo la reacción siguiente:



En formulaciones donde el MES monosódico está bien mezclado con componentes de gran alcalinidad bajo condiciones acuosas, el MES hidrolizará casi totalmente a la forma de di-sal. Los componentes de gran alcalinidad incluyen constructores, tales como silicatos o carbonatos, y bases, tales como el hidróxido de sodio (NaOH). Esta inestabilidad química desalienta el uso de ésteres ácidos α -sulfograsos en muchos usos de limpieza.
65

DE3237001 propone un método de elaborar un detergente en el cual dos porciones son simultáneamente pulverizadas secas de modo tal que una de las porciones se adhiere a la otra porción. La A 4416809 de los EE.UU. propone una composición detergente granular que comprende una primera y segunda porción. La GB A 2151656 propone las primeras y segundas porciones de una composición detergente; la primera porción comprende los ésteres ácidos α -sulfograsos y la segunda porción que comprende un carbonato. WO 9312216 propone un detergente granular que comprende una cantidad esencial del éster ácido α -sulfograso. La JP 02191700 propone una mezcla de partículas para formar un detergente. La A 4487710 de los EE.UU. propone una adición íntima de los componentes en los cuales los métodos de elaborar detergentes son muy húmedos e incitan por consiguiente la hidrólisis de cualquier éster ácido α -sulfograsos que haya presente. La A 6057280 de los EE.UU. propone un detergente que tiene una porción externa y una porción interna; la porción externa previene el contacto de la porción interna con los materiales alcalinos.

Resumen de la invención

La presente invención incluye métodos para elaborar una composición detergente que comprende éster ácido α -sulfograso que es postagregado a otros componentes detergentes. Las composiciones comprenden al menos dos porciones. La primera porción contiene éster ácido α -sulfograso. La primera porción del ácido α -sulfograso está libre de los componentes detergentes adicionales que causan más de una pequeña cantidad de formación adicional de la di-sal.

La segunda porción comprende otros componentes detergentes, según las propiedades deseadas de la composición final. Por ejemplo, tales componentes pueden incluir, pero no están limitados a los agentes tensoactivos aniónicos secundarios, agentes tensoactivos no iónicos, agentes tensoactivos canónicos, agentes tensoactivos zwitteriónicos, dispersores del polímero, oxidante, agentes biocidas, reguladores de la espuma, estabilizadores de la espuma, carpetas, agentes antiendurecimiento, activadores, constructores, hidrotropos, catalizadores, espesantes, estabilizadores, protectores UV, fragancias, agentes de liberación de suciedad, agentes poliméricos de liberación de la tierra, llenadores, abrillantadores, enzimas, sales, ingredientes inertes, y similares. La segunda porción incluye los componentes detergentes que causan más de una pequeña cantidad de formación adicional de di-sal, en donde el contenido de humedad libre de la segunda porción es inferior al 6% por peso.

La primera porción se prepara proporcionando el éster ácido α -sulfograso combinando opcionalmente el éster ácido α -sulfograso con cualquier otro componente detergente, según lo deseado, y después formando la primera porción. La segunda porción se forma combinando otros componentes detergentes y después formándolos en la segunda porción. La primera porción se postagrega a la segunda porción mezclando la primera porción con la segunda porción.

Debido a que la segunda porción se forma típicamente mediante procesos, o incluye componentes detergentes, ello causa la formación adicional de di-sal, la cantidad de formación adicional de la di-sal se reduce postagregando la primera porción a la segunda porción después de completar la formación de tales procesos de di-sal, o segregando parcialmente el éster ácido α -sulfograsos de tal di-sal formadora de componentes.

Cada porción comprende típicamente una pluralidad de partículas, tales como polvo, granos, pastillas, gránulos, y similares. Cuando se mezclan las porciones, las partículas se coadhieren, pero siguen estando separadas y físicamente distintas y la postagregación evita más que la formación de una pequeña cantidad de di-sal. En una representación, el contenido de humedad de la segunda porción se reduce antes de mezclarlo con la primera porción. Las porciones se pueden combinar en cualquier relación conveniente, de acuerdo con las propiedades deseadas de la composición final. En otra representación, las partículas de cada porción se pueden cubrir para reducir aún más la formación adicional de di-sal o para proteger los componentes contra la humedad. Otros componentes detergentes, por ejemplo, para fragancias y/o las enzimas, se pueden agregar también a la adición como porciones separadas.

Para cualquiera de las composiciones y métodos de acuerdo con la presente invención, la primera porción se puede formar, por ejemplo, por mezcla seca, aglomeración y mezcla en cama fluida. Tales métodos no causan más de una pequeña cantidad de formación adicional de di-sal en la primera porción. La segunda porción se puede formar, por ejemplo, mediante mezclas en seco, aglomerado, secado por aspersión, mezcla de cama fluida, así como por otros métodos conocidos por aquellos expertos en la materia.

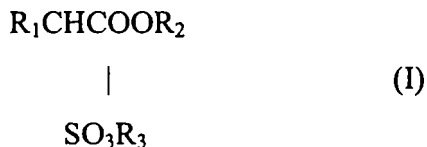
Descripción de la invención

La descripción siguiente proporciona detalles específicos tales como materiales y dimensiones para proporcionar una comprensión cuidadosa de la presente invención. La persona experta, sin embargo, apreciará que la presente invención se puede practicar sin el empleo de estos detalles específicos. De hecho, la presente invención se puede practicar conjuntamente con técnicas de proceso, fabricación o manufactura usadas convencionalmente en las industrias de detergentes y farmacéuticas. Por otra parte, los procesos de abajo describen solamente pasos, en lugar de un flujo de proceso completo, para fabricar las composiciones y los detergentes que contienen las composiciones de acuerdo con la presente invención.

Una representación preferida se dirige a las composiciones que comprenden éster ácido α -sulfograso postagregado. Se forma en una primera porción el éster ácido α -sulfograso, una primera porción del ácido α -sulfograso. La segunda porción comprende otros componentes detergentes.

La primera porción

En una representación preferida, la primera porción comprende al menos un éster ácido α -sulfograso. Tal éster ácido α -sulfograso tiene una unión del éster entre un ácido carboxílico y un alcohol y se sulfona en la posición α - del ácido carboxílico. El éster ácido α -sulfograso es típicamente de la fórmula siguiente (I):



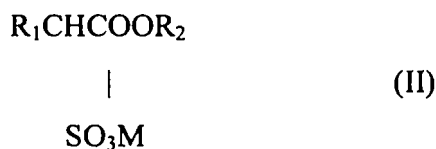
10

15

donde R_1 es un alcano lineal o ramificado, R_2 es un alcano lineal o ramificado, y R_3 es hidrógeno, un halógeno, un catión monovalente o bivalente, o un catión del amonio sin sustituir o sustituido. R_1 puede ser C_4 - C_{24} , incluyendo un alcano C_{10} , C_{12} , C_{14} , C_{16} y/o C_{18} . R_2 puede ser de C_1 a C_8 , incluyendo un grupo metílico. R_3 es típicamente un catión monovalente o bivalente, tal como un catión que forma una sal soluble en agua con éster ácido α -sulfograso (*p.ej.*, una sal metal alcalina tal como sodio, potasio o litio). El éster ácido α -sulfograso de la fórmula (I) puede ser un sulfonato de éster metílico, tal como el sulfonato de éster metílico de C_8 a C_{18} .

20

Más típicamente, el éster ácido α -sulfograso es una sal, que es generalmente de la fórmula siguiente (II):



25

30

donde R_1 y R_2 son alcanos y M es metal monovalente. Por ejemplo, R_1 puede ser un alcano que contiene entre 4 y 24 átomos de carbono, y es típicamente un alcano C_8 , C_{10} , C_{12} , C_{14} , C_{16} y/o C_{18} . R_2 es típicamente un alcano que contiene de 1 a 8 átomos de carbono, y más típicamente un grupo metílico. M es típicamente un metal alcalino, tal como sodio o potasio. El éster ácido α -sulfograso de la fórmula (II) puede ser un sulfonato de éster metílico sódico, tal como el sulfonato de éster metílico sódico C_8 - C_{18} .

35

En una representación, el éster ácido α -sulfograso es un éster ácido α -sulfograso C_8 , C_{10} , C_{12} , C_{14} , C_{16} o C_{18} . En otra representación, el éster ácido α -sulfograso comprende una mezcla de diversos ésteres ácidos α -sulfograsos de diversas longitudes de cadena. Por ejemplo, la primera porción puede comprender una mezcla de ésteres ácidos α -sulfograsos, tales como ácidos sulfograsos C_8 , C_{10} , C_{12} , C_{14} , C_{16} y C_{18} . Tal mezcla de ésteres ácidos α -sulfograsos se puede preparar a partir de una grasa o de un aceite natural, tal como cualesquiera de los descritos más abajo.

40

45

En otra representación, el éster ácido α -sulfograso es una mezcla de diversas longitudes de cadena, donde las proporciones de las diversas longitudes de cadena se seleccionan según las propiedades de los ésteres ácidos α -sulfograsos. Por ejemplo, los ácidos sulfograsos C_{16} y C_{18} (*p.ej.*, de la estearina MES de sebo y/o de palma) proporcionan generalmente mejores propiedades del agente tensoactivo, pero son menos solubles en soluciones acuosas. Los ésteres ácidos α -sulfograsos C_8 , C_{10} , C_{12} y C_{14} (*p.ej.* del aceite de almendra de palma o del aceite de coco) son más solubles en agua, pero tienen pocas propiedades como agente tensoactivo. Las mezclas adecuadas de tales ésteres ácidos α -sulfograsos incluyen ésteres ácidos α -sulfograsos C_8 , C_{10} , C_{12} y/o C_{14} combinados con los ésteres ácidos α -sulfograsos C_{16} y/o C_{18} . Por ejemplo, cerca de 1 a cerca del 99 por cien del éster ácido α -sulfograso C_8 , C_{10} , C_{12} , y/o C_{14} se combina con cerca del 99 a cerca del 1 por cien del peso del éster ácido α -sulfograso C_{16} y/o C_{18} . En otra representación, la mezcla comprende cerca del 1 al 99 por ciento del peso de un éster ácido α -sulfograso C_{16} o C_{18} y cerca del 99 a cerca del 1 por cien del peso de un éster ácido α -sulfograso C_{16} o C_{18} .

50

55

60

65

La composición también puede enriquecerse para ciertos ésteres ácidos α -sulfograsos de cadena de cierta longitud, según lo propuesto en la solicitud de patente pendiente núm. serie de los EE.UU. 09/574.996 (Expediente núm. 04193.009/1335), archivado el 19 de Mayo de 2000, proporciona las propiedades deseadas del agente tensoactivo. Por ejemplo, los ésteres ácidos α -sulfograsos preparados de fuentes naturales, tales como el aceite de almendra de palma (estearina), aceite de almendra de palma (oleína), o sebo de carne de vaca, son enriquecidos para los ésteres ácidos α -sulfograsos C_{16} y/o C_{18} gracias a la adición de ésteres ácidos α -sulfograsos de cadena de cierta longitud (purificada o semipurificada) a una mezcla de ésteres ácidos α -sulfograsos. Los ésteres ácidos α -sulfograsos preparados de otras fuentes se pueden también enriquecer para uno o más ésteres ácidos α -sulfograsos de longitud de cadena, tales como ésteres ácidos α -sulfograsos C_{16} y/o C_{18} . Las relaciones adecuadas para el enriquecimiento se extienden de mayor de 0.5:1, a alrededor de 1:1, a alrededor del 1.5:1, a mayor de 2:1, y hasta cerca de 5-6: 1, o más, de C_{16} o C_{18} a otros ésteres ácidos α -sulfograsos de otras longitudes de cadena. Una mezcla enriquecida puede también comprender entre cerca del 50 a cerca del 60 por cien del peso de ésteres ácidos C_8 - C_{18} α -sulfograsos y cerca del 40 a cerca del 50 por cien del peso de éster ácido C_{16} α -sulfograso.

Los métodos de preparar ésteres ácidos α -sulfograsos son conocidos por el experto en la materia (*Véase, p.ej.* las patentes de los EE.UU. N° 5.587.500; 5.384.422; 5.382.677; 5.329.030; 4.816.188; y 4.671.900; y *The Journal of American Oil Chemists Society* 52:323-29 (1975).

Los ésteres ácidos α -sulfograsos se pueden preparar de una variedad de fuentes, incluyendo el sebo de carne de vaca, el aceite de almendra de palma, el aceite de almendra de palma (oleína), el aceite de almendra de palma (estearina), aceite de coco, aceite de soja, aceite de canola, aceite de cohune, mantequilla de coco, aceite de palma, grasa blanca, aceite de semilla de algodón, aceite de maíz, aceite de rábana, aceite de soja, grasa amarilla, mezclas o fracciones de los mismos. Ácidos grasos adecuados para hacer ésteres ácidos α -sulfograsos incluyen, pero no se limitan a ácidos grasos, caprílico (C₈), cáprico (C₁₀), láurico (C₁₂), mirístico (C₁₄), miristoleico (C₁₄), palmítico (C₁₆), palmitoleico (C₁₆), esteárico (C₁₈), oleico (C₁₈), linoleico (C₁₈), linolénico (C₁₈), ricinoleico (C₁₈), araquídico (C₂₀), gadólico (C₂₀), behénico (C₂₂) y erúcico (C₂₂). Los ésteres ácidos α -sulfograso preparados de una o más de estas fuentes se encuentran dentro del alcance de la presente invención.

Las composiciones según la presente proposición proponen una cantidad eficaz de éster ácido α -sulfograso (*es decir*, una cantidad que proporciona las propiedades aniónicas deseadas del agente tensoactivo). En otra representación, una cantidad eficaz es al menos éster ácido α -sulfograso cercano al 5 por cien del peso. En otra representación, una cantidad eficaz es al menos éster ácido α -sulfograso cercano al 10 por cien del peso. En aún otra representación, una cantidad eficaz es al menos cerca del 15 por cien del peso, al menos el 20 por cien del peso, al menos cerca del 25 del peso, o al menos el 35 por cien del peso. Estos porcentajes del peso se basan en el peso total de la composición.

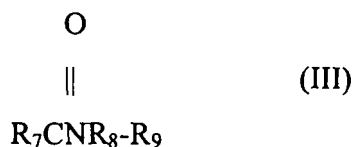
En una representación, la primera porción contiene solamente éster ácido α -sulfograso, y sus subproductos de fabricación. En otra representación, la primera porción incluye además otros componentes detergentes como por ejemplo, cloruro sódico, sulfato de sodio, poliacrilato sódico, y similares. La primera porción es substancialmente libre de otros componentes detergentes que causan más de una pequeña cantidad de formación adicional de di-sal. Según se utiliza aquí, el término “menos de una pequeña cantidad” significa menos de cerca del 30 por cien del peso, típicamente menos de cerca del 15 por cien del peso, y, más a menudo, menos del 7 por ciento del peso de una formación adicional de la di-sal. Las gamas precedentes se aplican a la formación adicional de di-sal y excluyen la di-sal ya presente en el éster ácido α -sulfograso como resultado del proceso de fabricación. El método de George Battaglini y otros, *Analytical Methods for Alpha Sulfo Methyl Tallowate* JOACS, Vol. 63, N° 8 (agosto de 1986) puede emplearse para determinar la cantidad de di-sal en una muestra de éster ácido α -sulfograso, y cualquier aumento en tal muestra en comparación a una muestra de control.

La segunda porción

La segunda porción (detergente) comprende otros componentes detergentes, de acuerdo con las propiedades deseadas de la composición final. Tales componentes pueden incluir agentes tensoactivos aniónicos secundarios, agentes tensoactivos no iónicos, agentes tensoactivos catiónicos, agentes tensoactivos zwitteriónicos, dispersores del polímero, agentes oxidantes, agentes biocidas, reguladores de la espuma, estabilizadores de la espuma, carpetas, agentes antiendurecimiento, activadores, constructores, hidrotropos, catalizadores, espesantes, estabilizadores, protectores UV, fragancias, agentes de suspensión de la tierra, agentes poliméricos de liberación de suciedad, llenadores, abrillantadores, enzimas, sales, ingredientes inertes, y similares.

Entre los agentes tensoactivos no iónicos adecuados se incluyen los que contienen un grupo hidropnóbico orgánico y un grupo hidrofílico que es un producto de la reacción de un grupo de solubilización (tal como un grupo de carboxilato, hidróxido, amido o amino) con un agente alquilizador, tal como el óxido de etileno, el óxido del propileno, o un producto de polihidratación de ellos (por ejemplo el glicol de polietileno). Tales agentes tensoactivos no iónicos incluyen, por ejemplo, ésteres alquílicos de polioxoalquileño, ésteres de alquilfenil de polioxialquileño, ésteres de ácido graso de sorbitán polioxialquileño, ésteres del ácido graso del sorbitol polioxialquileño, ésteres del ácido graso del glicol polialquileño, ésteres alquílicos del ácido graso del glicol polialquileño, ésteres del polioxipropileno del polioxietileno, aceites de ricino polioxialquilenos, alquilaminas polioxialquilenas, y ésteres alquílicos de ácido graso glicerol. Otros agentes tensoactivos adecuados incluyen los propuestos en la patente de los EE.UU. N° 5.945.394 y 6.046.149. En otra representación, la segunda porción está substancialmente libre de los agentes tensoactivos no iónicos nonilfenólicos. En este contexto, el término “substancialmente libre” significa menos de cerca del 1 por ciento del peso.

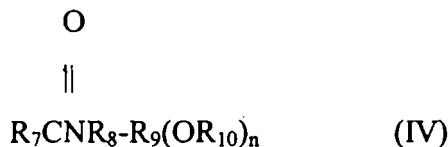
En una representación preferida, el agente tensoactivo no iónico es una alcanolamida de la fórmula siguiente (III):



donde R₇ un alquilo, un alquenil, un alquileño, o grupo hidroalquilo. R₈ y R₉ se seleccionan independiente del hidrógeno, alquilo, o hidroalquilo. R₇ es típicamente un grupo alquílico que contiene entre 6 a 22 átomos de carbón. La alcanolamida puede ser, por ejemplo, una monoetanolamida o alcanolamida C₁₈ preparada de aceite de coco o aceite de almendra de palma, tal como los fabricados por Albright and Wilson Americas Inc. (Glen Allen, Virginia) comercializados bajo marca EMPILAN® CME.

ES 2 324 202 T3

La alcanolamida puede también ser alcanolamida apolialcoxilada de la fórmula siguiente (IV):



donde R_7 está un alquilo, un alquénil, un alquilenil, un grupo del hidroalquilo o alquilo polialcoxilado, R_{10} es un grupo alquílico y n es un número entero positivo. R_8 y R_9 se seleccionan independiente del hidrógeno, del alquilo (*p.ej.*, alcano $\text{C}_1\text{-C}_8$), del hidroalquilo (*p.ej.*, alcohol $\text{C}_1\text{-C}_8$) o del alquilo polialcoxilado (*p.ej.*, alcoholes $\text{C}_1\text{-C}_8$). R_7 es típicamente un grupo alquílico que contiene entre 6 a 22 átomos de carbono. R_{10} es típicamente alcano $\text{C}_1\text{-C}_3$. R_8 es típicamente hidrógeno, alquilo (*p.ej.*, un alcano $\text{C}_1\text{-C}_8$) o hidroalcano. R_9 es típicamente alquilo o hidroalquilo (*p.ej.*, un alcohol $\text{C}_1\text{-C}_8$). El grado de polialcoxilación (el cociente molar de los grupos oxialquilo por molécula de alcanolamida) puede variar de cerca de 1 a cerca de 100, o de cerca de 3 a cerca de 8, o cerca de 5 a 6. La alcanolamida polialcoxilada es típicamente un monoalcanolamido polialcoxilado, tal como un alcanolamido mono polialcoxilado C_{16} y/o C_{18} o una alcanolamida polialcoxilada preparada de aceite de núcleo del aceite o aceite de almendra de palma.

Los métodos de fabricar alcanolamidas polialcoxiladas son conocidos por el experto en la materia. (*Véase, p.ej.*, la patente de los EE.UU. núm. 6.034.257). Las fuentes de ácidos de aceites para la fabricación de tales alcanolamidas incluyen el sebo de carne de vaca, aceite de almendra de palma, aceite de la estearina de la palma, aceite de coco, aceite de soja, aceite de canola, aceite de cohune, aceite de palma, grasa blanca, aceite de semilla de algodón, y las mezclas o las fracciones de ellos. Otras fuentes incluyen los ácidos grasos caprílico (C_8), cáprico (C_{10}), láurico (C_{12}), mirístico (C_{14}), miristoleico (C_{14}), palmítico (C_{16}), palmitoleico (C_{16}), esteárico (C_{18}), oleico (C_{18}), linoleico (C_{18}), linolénico (C_{18}), ricinoleico (C_{18}), araquídico (C_{20}), gadólico (C_{20}), behénico (C_{22}) y erúico (C_{22}). Los alcanolamidos preparados de una o más de estas fuentes se encuentran dentro del alcance de la presente invención.

Las cantidades eficaces de alcanolamida (*p.ej.*, una cantidad que exhibe las propiedades deseadas del agente tensoactivo) pueden oscilar de al menos cerca de un uno por ciento del peso, más típicamente cerca de 2,5 por cien del peso a cerca de 5 por cien del peso, o más.

El agente tensoactivo aniónico secundario adecuado incluye agentes tensoactivos que contienen un grupo hidrofóbico hidrocarburo con cadena larga en su estructura molecular y a grupo hidrofílico, *es decir*, un grupo solubilizador de agua, tal como grupos de carboxilato, de sulfonato, de sulfato o de fosfato. Entre los agentes tensoactivos aniónicos secundarios adecuados se incluyen las sales, tales como el sodio, el potasio, el calcio, el magnesio, el bario, el hierro, el amonio y la amina. Entre otros agentes tensoactivos aniónicos secundarios adecuados se incluyen las sales de metal alcalino, del amonio y del amonio alcohol de los productos de la reacción sulfúrica orgánica que tienen en su estructura molecular un grupo del alquilo o del alcarilo que contiene desde 8 a 22 átomos de carbono y un grupo éster del ácido sulfónico o sulfúrico. Entre los ejemplos de tales agentes tensoactivos aniónicos incluyen las sales solubles en agua de los sulfonatos alquílicos del benceno que tienen entre 8 y 22 átomos de carbono en el grupo alquílico, y los sulfatos del éster alquílico que tienen entre 8 y 22 átomos de carbono en el grupo alquílico. Entre otros agentes tensoactivos aniónicos se incluyen los sulfatos del alcohol polietoxilados, tales como los comercializados bajo el nombre comercial CALFOAM® 303 (Pilot Chemical Company, California). Los ejemplos de otros agentes tensoactivos aniónicos se proponen en la patente de los EE.UU. núm. 3.976.586, cuya proposición se incorpora aquí a modo de referencia. Otros agentes tensoactivos aniónicos incluyen los sulfatos alquílicos o del alquénil, los sulfonatos de olefina, los carboxilatos del éster del alquilo o del alquénil, agentes tensoactivos tipo amino ácido, agentes tensoactivos del tipo amino ácido N-acil, y los propuestos en la patente de los EE.UU. N° 5.945.394 y 6.046.149.

En otra representación, la composición comprende solamente cantidades de menor importancia de agentes tensoactivos aniónicos secundarios. Según lo utilizado en este contexto, una “pequeña cantidad” de agente tensoactivo aniónico secundario está entre el 0,5 por cien y cerca del 5 por cien del peso. Alternativamente, la composición está substancialmente libre de agentes tensoactivos aniónicos secundarios. En este contexto, el término “substancialmente libre” significa menos de cerca del 1 por ciento del peso.

Entre los constructores convenientes se incluyen los silicatos, incluyendo polisilicates y silicatos alcalino-metálicos. Un silicato alcalino-metálico adecuado es silicato de sodio, como un silicato de sodio acuoso que tiene una relación SiO_2 a Na_2O que oscila de cerca de 2,0 a cerca de 2,5, incluyendo a los comercializados por PQ Corporation bajo los nombres comerciales BRITESIL® H20, BRITESIL® H24, y BRITESIL® C-24. Otros silicatos convenientes incluyen entera o parcialmente silicatos cristalitos en forma de capa de la fórmula siguiente (V):



donde x va de cerca de 1,9 a cerca de 4 y y va de 0 a cerca de 20. Tales silicatos se describen, por ejemplo, en la patente de los EE.UU. núm. 5.900.399.

Otros constructores convenientes incluyen filosilicatos o disilicatos. Entre los disilicatos se incluye los que tienen la fórmula $\text{Na}_2\text{O} \cdot 2\text{SiO}_2$ o $\text{Na}_2\text{Si}_2\text{O}_5 \cdot y\text{H}_2\text{O}$, donde y es un entero. Los disilicatos preferidos incluyen disilicatos del β -sodio, tales como los descritos en la publicación internacional de patente WO 91/08171. También pueden utilizarse disilicatos comercializados bajo los nombres comerciales SKS[®] 6 y SKS[®] 7 por Hoescht AG y Clariant Corporation.

Los constructores pueden incluir también sales silicadas. El término "sal silicada" significa una sal, tal como un carbonato, un sulfato, un carbonato alcalino-metálico, sulfato alcalino-metálico, carbonato de amonio, bicarbonato, sesquicarbonato, o mezclas de ellos, que se ha tratado con sal de silicato. Las sales de silicato se pueden preparar, por ejemplo, según el método propuesto en la patente de los EE.UU. núm. 4.973.419.

Otros constructores incluyen constructores que contienen fosfato, como por ejemplo, los fosfatos alcalino-metálicos, los ortofosfatos, los polifosfatos, los tripolifosfatos, los pirofosfatos, los fosfatos del polímero, y los constructores del aluminosilicato (zeolitas). Los constructores aluminosilicatos incluyen los de las fórmulas siguientes (VI) y (VII):



donde z e y son números enteros mayores de 5, x es un número entero que va de 15 a 264, y el cociente molar de z a y se extiende de cerca de 1,0 a cerca de 0,5; y



donde M es sodio, potasio, amonio, o amonio substituido, z va de cerca de 0,5 a cerca de 2, e y es 1. Entre los ejemplos de tales constructores de aluminosilicato se incluye el zeolita NaA, la zeolita NaX, la zeolita P, la zeolita Y, la zeolita hidratada 4A, y la zeolita MAP (zeolita de aluminio máxima; véase, *p.ej.*, EP) 384 070A). En otra representación, la segunda porción contiene menos de cerca de un uno por cien del peso de aluminosilicatos y/o de fosfato. En otra representación, la composición está substancialmente libre de aluminosilicatos y de fosfatos.

Entre los dispersores adecuados se incluyen los polímeros de ácido acrílico, de ácido metacrílico, de ácido maleico, de ácido fumárico, de ácido itacónico y de sus copolímeros y sales de ellos solubles en agua tales como metal alcalino, amonio, o sales de metal alcalino substituido. Entre los dispersores adecuados del polímero se incluyen además los comercializados bajo los nombres comerciales de ACUSOL[®] 445 (ácido poliacrílico), ACUSOL[®] 445N (sal ácida poliacrílica del sodio), ACUSOL[®] 460N (una sal del sodio del copolímero del ácido maleico/de la olefina), y ACUSOL[®] 820 (copolímero de acrílico), comercializado por Rohm y Haas Company.

Entre los agentes oxidantes adecuados se incluyen agentes oxidantes que contienen o no contienen cloro. Entre los agentes oxidantes adecuados que no contienen cloro se incluyen blanqueadores de oxígeno, tales como los perboratos, los percarbonatos, persulfatos; dipersulfatos, peroxihidrato de carbonato sódico, peroxihidrato de pirofosfato de sodio, peroxihidrato de urea, y peróxido de sodio. Entre otros agentes oxidantes que no contienen cloro adecuados se incluyen los activadores blanqueadores, tales como N,N,N',N'-diamina de etileno tetraacetil (TAED), sulfonato del oxibenzeno de benzoílo sódico, el carbonato del sulfofenil cloro, y los descritos en la patente de los EE.UU. N° 4.915.854 y 4.412.934, cuyas proposiciones se incorporan aquí a modo de referencia. Entre los agentes oxidantes adecuados que no contienen cloro se incluye además un catalizador como el manganeso u otro(s) metales de transición conjuntamente con blanqueadores de oxígeno.

Entre los agentes oxidantes adecuados se incluyen además agentes blanqueadores del ácido percarboxílico y sus sales, tales como el hexahidrato monoperoxifalato de magnesio y sales de magnesio del ácido perbenzoico meta-cloro, ácido de 4 nonilamino-4-oxoperoxibutírico, y ácido diperoxidodecanedioico. Entre los agentes oxidantes adecuados se incluyen también los descritos en las patentes de los EE.UU. núm. 4.483.781; 4.634.551; y 4.412.934, cuyas propuestas se incorporan aquí a modo de referencia.

Entre los agentes oxidantes adecuados se incluyen además los agentes oxidantes que no contienen oxígeno, tales como agentes blanqueadores fotoactivados. Entre los agentes blanqueadores fotoactivados adecuados se incluye el zinc sulfonado y las ftalcianinas metálicas, tales como ftalcianinas del zinc y del aluminio. Otros agentes blanqueadores adecuados fotoactivados se describen en la patente de los EE.UU. núm. 4.033.718, cuya proposición se incorpora aquí a modo de referencia.

El agente oxidante también puede ser un agente que contiene cloro. El agente que contiene cloro puede ser cualquier agente anhídrico adecuado que contenga cloro, como compuestos orgánicos e inorgánicos capaces de liberar su cloro en forma de cloro activa al diluirse en agua. Entre los ejemplos típicos de tales agentes que contienen cloro incluyen los siguientes: hipocloritos tales como hipocloritos alcalino-metálicos (calcio y litio);

fosfato trisódico clorado; sulfamidas cloradas; hidantoinas halogenadas, tales como 1,3-dicloro-5,5-dimetilhidantoina; policlorocianurados (que generalmente contienen metales alcalinos tales como sales de sodio o potásicas); ácido isocianúrico substituido por cloro; sales alcalino-metálicas del ácido isocianúrico, tales como dihidrato potásico o sódico; y otros agentes anhidros que contienen cloro conocidos en la industria del detergente. Típicamente, el agente anhidro que contiene cloro es dicloro-isocianurato-dihidrato sódico.

ES 2 324 202 T3

Entre los agentes biocidas adecuados se incluyen TAED, TAED combinado con persal, triclosán(fenol 5-cloro-2(2,4-dicloro-fenoxi)fenol), y compuestos de amonio cuaternario, tales como cloruros de amonio dimetil alquílicos, cloruros de amonio trimetil alquílicos, cloruros de amonio dimetil dialquilos, cloruro de benzalconio, paraclorometaxileno, y cloruro de amonio bencílico dimetil alquílico. Otros agentes biocidas incluyen los comercializados bajo las marcas registradas BARDAC® (compuestos de amonio de cuaternario, cloruros de amonio dimetil dialquilos) y BARQUAT® (compuestos de amonio de cuaternario, cloruros de amonio bencílicos dimetil alquílicos) por el Lonza Group y los comercializados bajo marca registrada BTC® (cloruros de amonio dimetil) por la Stepan Company.

Los abrillantadores ópticos adecuados incluyen estilbenos tales como TINOPAL® AMS comercializado por Ciba-Geigy, derivados del distirilbifenil tales como TINOPAL® CBS-X comercializado por Ciba-Geigy, mezclas del estilbeno/naftotriazol tales como TINOPAL®RA-16 comercializado por Ciba-Geigy, derivados del oxazol, y abrillantadores de cumarina.

Las enzimas adecuadas incluyen cualesquiera de las conocidas por los expertos, tales como las tipo amilolíticas, proteolíticas o lipolíticas; y las listadas en la patente de los EE.UU. N°. 5.324.649. Una proteasa preferida, comercializada bajo marca registrada SAVINASE® por NOVO Industries A/S, es un subtilasa del *Bacillus lentus*. Otras enzimas adecuadas incluyen las amilasas, las lipasas, y las celulasas, tales como ALCALASE® (proteasa bacteriana), EVERLASE® (variante de proteína manipulada de SAVINASE®), ESPERASE® (proteasa bacteriana), LIPOLASE® (lipasa fungicida), LIPOLASE ULTRA (variante de proteína manipulada de LIPOLASE), LIPOPRIME™ (variante de proteína manipulada de LIPOLASE), TERMAMYL® (amilasa bacteriana), BAN (amilasa bacteriana Novo), CELLUZYME® (enzima fungicida), y CAREZYME® (celulasa monocomponente), comercializada por Novo Industries A/S.

Los llenadores y las sales adecuadas incluyen sales inorgánicas tales como el sulfato de sodio y de potasio, cloruro de amonio, cloruro de sodio y de potasio, bicarbonato de sodio, y similares.

Los agentes poliméricos de liberación de suciedad adecuados se caracterizan por tener ambos segmentos hidrofílicos, para hidrofilar la superficie de fibras hidrofóbicas, tales como el poliéster y nilón, y segmentos hidrofóbicos para depositar sobre fibras hidrofóbicas y para seguir adheridos a ellas a la terminación del ciclo de lavado y de aclarado y, así, para servir como ancla para los segmentos hidrofílicos. Esto puede provocar que ocurran manchas subsecuentes al tratamiento con el agente de liberación de suciedad para ser limpiadas más fácilmente en lavados posteriores. Entre los agentes fusores del suelo adecuados se incluye la amida de ácido graso polihidroxi, productos sulfonados de un oligómero éster substancialmente lineal comprendido por una espina dorsal oligomérica del éster de las unidades de repetición del tereftaloil y del oxialquilenooxi y de las mitades terminales acopladas covalentemente a la espina dorsal. Tal ésteres lineales sulfonados se pueden derivar del alcohol alílico etoxilato, tereftalato dimetil, y diol de 1.2 propilenos. Estos agentes de liberación de suciedad se describen en la patente de los EE.UU. N°5.958.451, cuya proposición se incorpora aquí a modo de referencia. Otros agentes poliméricos de liberación de suciedad adecuados incluyen poliésteres de tereftalato de 1,2-propileno-tereftalato de polioxietileno con conexiones de etilo o metilo (véase, p.ej., patente de los EE.UU. núm. 4.711.730), ésteres oligoméricos con terminales aniónicos (véase, p.ej., patente de los EE.UU. núm. 4.721.580), ésteres de tereftalato con terminales aniónicos, especialmente de sulfoarilo, (véase, p.ej., patente de los EE.UU. núm. 4.877.896). Derivados celulósicos que son funcionales como agentes de liberación de suciedad están disponibles comercialmente e incluyen hidroxiéteres de la celulosa tales como METHOCEL® (Dow Chemical).

Los agentes de suspensión adecuados para el suelo incluyen las amidas del ácido graso polihidroxis, derivados celulósicos tales como polímeros celulósicos del hidroxiéter, bloques copoliméricos de tereftalato etileno o de tereftalato propileno con óxido polietileno o el tereftalato del óxido polipropileno, y similares. Como será apreciado por el experto en la materia, la segunda porción puede incluir, además, otros componentes.

La primera porción se forma de uno o más ésteres ácidos α -sulfograsos. Por ejemplo, la primera porción se puede formar de éster ácido α -sulfograso puro o de una mezcla de ésteres ácidos α -sulfograsos purificados, por ejemplo afeitando, granulando o puliendo bloques de mayor tamaño, de partes o de pedazos más grandes de uno o más ésteres ácidos α -sulfograsos, por porciones de parte alícuota de ésteres ácidos α -sulfograsos líquidos, o de una combinación de ellos. En otra representación, la primera porción incluye otros componentes detergentes. Tales componentes pueden mezclar con éster ácido α -sulfograso mediante, por ejemplo, mezcla seca, aglomeración, mezcla de cama fluida, y similares. Tales métodos no causan más que una pequeña cantidad de formación adicional de di-sal, por ejemplo cuando los ésteres ácidos α -sulfograsos son secados mediante pulverización en presencia de componentes de gran alcalinidad.

Los métodos adecuados para formar la segunda porción incluyen la aglomeración, el secado por aspersión, la mezcla seca, la mezcla fluida de la cama y métodos similares conocidos al experto en la materia. Otros métodos adecuados incluyen los descritos en el *Perry's Chemical Engineers' Handbook* (6ª Ed.), capítulo 19 (1984). La segunda porción puede también formarse mezclando y granulando en un mezclador/un granulador de alta velocidad. Puede utilizarse agua u otros solventes en la formación de esta porción. Tras mezclar, se le puede dar cualquier forma conveniente a la mezcla, incluyendo polvo, los granos, pastillas, gránulos, y similares. La segunda porción opcionalmente se seca al menos parcialmente para eliminar el exceso de humedad libre (p.ej., humedad que no sea la de agua de la cristalización). Por ejemplo, la segunda porción se puede secar en un secador de estrato fluidificado. El contenido de humedad libre de la segunda porción es inferior a cerca de 6 por cien del peso, y más típicamente a entre a cerca del 1 por cien

a cerca del 3 por cien en peso. Quitando exceso de humedad libre antes de mezclar la segunda porción y la primera porción, puede reducirse la cantidad de formación adicional de di-sal.

En una representación, la segunda porción se forma mediante la mezcla en seco de uno o más componentes detergentes. Por ejemplo, el carbonato sódico se puede combinar con un agente tensoactivo no iónico. Después de que el agente tensoactivo no iónico sea absorbido por el carbonato, otros ingredientes, tales como metasilicato del abrillantador y del sodio, se agregan entonces a la mezcla para formar la segunda porción. Esa porción se seca opcionalmente para reducir su contenido de humedad libre. Una o más enzimas o fragancia, por ejemplo, se pueden mezclar opcionalmente con la segunda porción o agregar como porciones ayudantes separadas.

En otra representación, la segunda porción se forma por aglomeración, por ejemplo, se mezclan uno o más componentes detergentes con un ingrediente inerte, (*p.ej.*, un absorbente) tal como ceniza de soda. La mezcla se aglomera entonces con un silicato, como el silicato de sodio, y opcionalmente, con un dispersor del polímero. Después de la aglomeración, se seca la mezcla usando un secador de cama fluida o un acondicionador para formar la segunda porción. La mezcla secada se filtra entonces, y las partículas de gran tamaño se muelen al tamaño deseado. Después del filtrado, la fragancia, un agente oxidante (*p.ej.*, peróxido) y/o las enzimas se agregan opcionalmente a la segunda porción o se agregan como porción ayudante separada.

En otra más representación, la segunda porción se forma mediante secado por aspersión. En breve, los componentes detergentes, como por ejemplo, agua, ceniza de soda, abrillantador, silicato, y dispersor del polímero (*p.ej.*, poliácridato), son secados mediante pulverización y después pasados a través de un triturador y/o pantallas de filtrado. El contenido de humedad libre de la segunda porción suele variar aproximadamente del 1 al 6 por cien del peso. Otros métodos de formar la segunda porción también se encuentran dentro del alcance de la invención, como lo apreciarán los expertos en la materia.

Tras la formación de las primeras y segundas porciones, la primera porción (del éster ácido α -sulfograso) se postagrega a la segunda porción. Según se usa aquí, los términos “postagregado”, “postagregando” o “postadición” se refieren a la adición de la primera porción (del éster ácido α -sulfograso), como porción separada, a la segunda porción después de la formación de la segunda porción. Debido a que la segunda porción se forma típicamente mediante procesos, o incluye componentes detergentes, se causa la formación adicional de di-sal. Tales procesos incluyen el secado por aspersión, el secado a temperaturas elevadas, la mezcla de agentes de alcalización o de componentes de gran alcalinidad, y similares. Al mezclar el éster ácido α -sulfograso después de que se forme la segunda porción, se reduce la cantidad de formación adicional de la di-sal. La postadición de éster ácido α -sulfograso evita la formación de más de una pequeña cantidad adicional de di-sal.

La primera porción del ácido α -sulfograso o la segunda porción se puede opcionalmente al menos cubrir de modo parcial para proteger el éster ácido α -sulfograso contra la formación adicional de la di-sal. Tal capa puede evitar la interacción del éster ácido α -sulfograso con las bases, la humedad, y la otra di-sal que causan componentes. Tal capa puede ser impermeable. La capa típicamente puede tener un punto de fusión dentro de temperaturas de lavado normales, o puede ser soluble en agua. Para una capa soluble en agua, no es necesario que la capa tenga un punto de fusión dentro de la gama de temperaturas de lavado normal.

Las capas adecuadas incluyen, por ejemplo, el alcohol de polivinilo, alcohol de polivinilo parcialmente o completamente hidrolizado, acetato de polivinilo, pirrolidona polivinilo, copolímero polivinilo-metilmecacrilato, copolímero del ácido acrílico/ácido maleico, copolímero anhídrido etileno/maleico, glicol de polietileno, polímero de ácido acrílico, celulosa carboximetil, éster de celulosa, ceras de parafina, ácidos grasos, sulfonato del éster metílico, jabones, ceras, polímeros solubles en agua, polímeros hinchables en agua, o copolímeros, sales o mezclas de cualquiera de ellos.

La capa puede aplicarse a una porción según las técnicas usadas en las industrias detergentes y farmacéuticas, como será apreciado por el experto en la materia. Entre los ejemplos de técnicas adecuadas para aplicar una capa se incluye el recubrimiento por inmersión, recubrimiento por centrifuga; recubrimiento por pulverización, secado por aspersión (incluyendo secado por aspersión usando técnicas a contracorriente o a corriente), aglomeración y recubrimiento usando un secador de la cama fluida. Entre los secadores adecuados de cama fluida se incluye, por ejemplo, la cama fluida estática, vibradora, granulación de alto cizallaje, cama fluida de vacío, recubrimiento en superficie plana, procesamiento del rotor y los secadores de alta velocidad de cama fluida wurster. Después de aplicar un recubrimiento a una porción, la capa puede secarse, cuanto sea necesario, para eliminar exceso de humedad u otros líquidos. Otros ejemplos se proponen en la patente de los EE.UU. núm. 6.057.280.

Otras representaciones de la presente invención se ejemplifican en los ejemplos siguientes, aunque la invención no está ideada para ser limitada por o a estos ejemplos.

Ejemplos

En estos ejemplos, los porcentajes se dan como por ciento del peso, y los porcentajes del peso están basados en el peso total de la composición, a menos que se indique lo contrario.

ES 2 324 202 T3

Ejemplo 1

Se prepara una segunda porción como sigue: una alcanolamida polialcoxilatada se mezcla con ceniza de soda hasta que la alcanolamida sea absorbida por la ceniza de soda. Se aglomeran con la mezcla de alcanolamida/de la ceniza de soda un constructor del silicato de sodio (2.4: 1), cloruro de sodio o sulfato de sodio, poliacrilato, y el abrillantador. Después de la aglomeración, la segunda porción se seca para reducir el contenido de humedad a entre cerca de 1 a cerca del 6 por cien de humedad por peso. Una primera porción que comprende al menos un éster ácido α -sulfograso se mezcla entonces con la segunda porción para formar una mezcla substancialmente homogénea de partículas. Opcionalmente se agrega un perfume después de mezclar.

Ejemplo 2

Se prepara una segunda porción como sigue: una alcanolamida polialcoxilatada se mezcla con un constructor, un dispersor del polímero, un llenador, y un abrillantador. Estos componentes son mezclados por secado por aspersión. Una primera porción, que comprende éster ácido α -sulfograso, se postagrega entonces a la segunda porción. Las proporciones finales de los componentes son como sigue:

<u>Componente</u>	<u>porcentaje de peso</u>
éster ácido α -sulfograso	10-50%
alcanolamida polialcoxilatada	0,1-5%
silicato de sodio	2-5%
llenador	0-10%
dispersor del polímero	4-6 %
abrillantador	0,1-0,2%
perfume	0,2-0,4%
ceniza de soda	balance
humedad total	1-3%
de la segunda porción	

Ejemplo 3

Se prepara una segunda porción como sigue: el alcanolamida etoxilado C₁₆ y/o C₁₈ se mezcla con un constructor del silicato de sodio (2.4: 1), cloruro de sodio o sulfato sódico, poliacrilato, abrillantador, y ceniza de soda. Estos componentes se mezclan por aglomeración. Tras la aglomeración, la segunda porción se seca para reducir el contenido de humedad a entre cerca de 1 por cien a cerca de 3 por cien del peso. La segunda porción se combina entonces con sulfonato éster metílico en polvo (de la estearina de sebo o de palma). Se agrega a continuación un perfume. Las proporciones finales son las siguientes:

<u>componente</u>	<u>porcentaje de peso</u>
sulfonato del éster metílico	35%
alcanolamido etoxilado	0,1-5%
silicato de sodio	2-5%
poliacrilato	4-6 %
llenador	0-10%
abrillantador	0,1-0,2%
perfume	0,2-0,4%
ceniza de soda	balance
humedad total	1-3%
de la segunda porción	

ES 2 324 202 T3

Ejemplo 4

Una composición base se prepara con las proporciones siguientes:

5

<u>Componente</u>	<u>porcentaje del peso</u>
ceniza de soda	77,8
10 sólidos del silicato de sodio	10
Dispensor ACUSOL® 445N (Rohm y Haas)	10
15 Abrillantador	0,2
Agua	2

20 La mezcla baja se combina con una alcanolamida polialcoxilada y se mezcla mediante aglomeración o el secado por aspersión para formar un polvo. El contenido de humedad en el polvo está dentro de la gama de cerca de 1 a cerca de 3 por cien del peso. Una primera porción pulverizada del ácido α -sulfograso se mezcla entonces con la segunda porción para formar una composición detergente.

25

Ejemplo 5

Se probaron cuatro composiciones de éster ácido α -sulfograso para determinar el efecto de postagregar éster ácido α -sulfograso a otros componentes detergentes. Las composiciones contuvieron los componentes siguientes (en porcentajes del peso):

30

Composición

35

Componente	A	B	C	D
40 Éster ácido α -sulfograsos C ₁₆	12	25	12	25
Silicato de sodio	7	7	7	7
45 Carbonato sódico	81	68	81	68

50

Las composiciones fueron incubadas en incubado en una cámara de humedad a 40°C (104°F) y con una humedad de 80%. Se eliminaron las muestras en diversos momentos ("tiempo transcurrido") y se probó la cantidad de di-sal formada. La cantidad de di-sal adicional armada se calcula como sigue:

55

$$\frac{\text{cantidad de di-sal formada} - \text{contenido original de di-sal}}{\text{cantidad total de activo (mono-sal y di-sal)}}$$

60

Este cociente también se conoce como el "% de di-sal/activo."

65

ES 2 324 202 T3

Sin postagregar éster ácido α -sulfograso

Fórmula	Tiempo transcurrido (días)	SASME % mono-sal	SASCA % di-sal	Activos totales	% Di-Sal/Activo
A	0	10,3	0,24	10,5	0
	8	7,0	0,42	7,5	2,4
	15	7,2	0,60	7,8	4,6
B	0	21,3	1,0	22,3	0
	8	12,6	1,6	14,2	4,2
	15	13,2	1,8	15,0	5,3

Postadición del éster ácido α -sulfograso

Fórmula	Tiempo transcurrido (días)	SASME % mono-sal	SASCA % di-sal	Activos totales %	% Di-Sal/Activo
C	0	10,3	0,24	10,5	0
	8	10,3	0,25	10,6	0,1
	15	10,1	0,42	10,5	1,7
D	0	21,3	1,0	22,3	0
	8	18,0	1,1	19,1	0,5
	15	19,2	1,1	20,3	0,5

Como se puede ver comparando los ejemplos A y C, o B y D, postagregando el éster ácido α -sulfograso a los otros componentes detergentes, un porcentaje más alto del éster ácido α -sulfograso activo total (*es decir*, mono-sal) es conservado en las composiciones después de la incubación en la cámara de humedad. La relación de los % de di-sal al activo es también correspondientemente más baja. Así, la postagregación del éster ácido α -sulfograso a las composiciones detergentes que contienen componentes de formación di-sal reduce la formación de di-sal.

REIVINDICACIONES

1. Un método de elaborar una composición detergente, que comprende:

proporcionar las primeras partículas que comprenden un éster metílico ácido α -sulfograso, en donde las primeras partículas están substancialmente libres del otros componentes detergentes que causan la formación de más de una pequeña cantidad de di-sal adicional; y

proporcionar las segundas partículas que comprenden al menos un componente detergente que causa la formación adicional de di-sal, en donde el contenido de humedad libre de las segundas partículas es inferior al 6% por peso; y

postagregar las primeras partículas a las segundas partículas, mediante lo cual las primeras y segundas partículas se mezclan, pero siguen estando separadas y siendo físicamente distintas, por lo que la postagregación evita la formación de más de una pequeña cantidad de di-sal.

2. El método de la reivindicación 1, en donde el éster metílico ácido α -sulfograso consiste esencialmente en un éster metílico ácido de α -sulfo- C_{16} -graso.

3. El método de la reivindicación 1, en donde las segundas partículas comprenden un agente tensoactivo no iónico, un constructor, un agente tensoactivo aniónico secundario, un dispersor del polímero, un agente oxidante, un agente biocida, un regulador de la espuma, una carpeta, un agente antiendurecimiento, un activador, un catalizador, un espesante, un estabilizador, una fragancia, un agente de liberación de suciedad, un agente del fusor del suelo, un llenador, un abrillantador, un protector UV, una enzima, o una mezcla de los mismos.

4. El método de la reivindicación 3, en donde el constructor es silicato de sodio, polisilicato, silicato amorfo, filosilicato, ceniza de soda, o ceniza de soda silicatada.

5. El método de la reivindicación 1, en donde la composición está substancialmente libre del agente tensoactivo aniónico secundario.

6. El método de la reivindicación 1, en donde las primeras partículas forman un polvo.

7. El método de la reivindicación 1, en donde el éster metílico ácido α -sulfo-graso consiste esencialmente en una sal de sodio del éster metílico ácido α -sulfograso.

8. El método de la reivindicación 1, en donde el éster metílico ácido α -sulfo-graso consiste esencialmente en una sal de sodio del éster metílico ácido α -sulfograso C_{16} .

9. El método de la reivindicación 1, en donde la composición además comprende partículas ayudantes.

10. El método de la reivindicación 9, en donde las partículas ayudantes comprenden una enzima, una fragancia o un agente oxidante.

11. El método de la reivindicación 1, en donde las primeras partículas tienen forma de polvos, pastillas, granos, o gránulos.

12. El método de la reivindicación 1, en donde las segundas partículas tienen forma de polvos, pastillas, granos, o gránulos.

13. El método de la reivindicación 1, en donde las primeras partículas están cubiertas al menos parcialmente para proteger las partículas contra mayor formación adicional de di-sal.

14. El método de la reivindicación 1, en donde las primeras partículas consisten en éster metílico ácido α -sulfo-graso y sus subproductos de la fabricación.

15. El método de la reivindicación 1, en donde el contenido en agua de las segundas partículas va de 1% al 3% por peso.

16. El método de la reivindicación 1, en donde las segundas partículas comprenden un agente tensoactivo no iónico.

17. El método de la reivindicación 1, en donde las segundas partículas comprenden una alcanolamida polialcoxilata.

18. El método de la reivindicación 1, en donde las segundas partículas son formadas mediante secado por aspersión.

ES 2 324 202 T3

19. El método de la reivindicación 12, en donde las primeras partículas están cubiertas parcialmente con un alcohol de polivinilo, alcohol de polivinilo parcialmente o completamente hidrolizado, acetato de polivinilo, polivinilo pirrolidona, copolímero polivinilo-metilmacrilato, copolímero ácido acrílico/ácido maleico, copolímero etileno/maleico anhídrido, glicol polietileno, polímero del ácido de acrílico, celulosa carboximetilo, éster de la celulosa, ceras de parafina, ácidos grasos, sulfonato de éster metílico, jabones, ceras, polímeros solubles en agua, polímeros hinchables en agua, o copolímeros, sales o mezclas de los mismos.

20. El método de la reivindicación 1, en donde las segundas partículas están substancialmente libres de los agentes tensoactivos no iónicos nonilfenólicos.

21. El método de la reivindicación 1, en donde el componente detergente que causa la formación adicional de la di-sal es un componente de alto pH.

22. El método de la reivindicación 1, en donde el éster metílico ácido α -sulfograso es un éster metílico ácido α -sulfograso de C₁₆ o C₁₈ en cerca de 1 a 99% peso.

23. El método de la reivindicación 1, en donde el contenido de humedad libre de las segundas partículas va de cerca de 1-3% por peso.