

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 655 979**

51 Int. Cl.:

B65D 75/00 (2006.01)
B65D 75/52 (2006.01)
B65D 75/58 (2006.01)
C11D 17/00 (2006.01)
B65D 1/02 (2006.01)
C11D 3/02 (2006.01)
C11D 3/40 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **07.09.2011 PCT/EP2011/065454**
87 Fecha y número de publicación internacional: **19.04.2012 WO12048956**
96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **07.09.2011 E 11752244 (1)**
97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **08.11.2017 EP 2627576**

54 Título: **Composición detergente en forma de partículas, empaçada concentrada**

30 Prioridad:

14.10.2010 EP 10187508

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
22.02.2018

73 Titular/es:

**UNILEVER N.V. (100.0%)
Weena 455
3013 AL Rotterdam, NL**

72 Inventor/es:

**BATCHELOR, STEPHEN, NORMAN;
CHAPPLE, ANDREW, PAUL y
KENINGLEY, STEPHEN, THOMAS**

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 655 979 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

Composición detergente en forma de partículas, empacada concentrada

5 La presente invención se refiere a una composición detergente en forma de partículas, empacada concentrada con alto atractivo visual. En particular se refiere a un producto usado en bajos niveles de dosificación, por ejemplo menos de 40g de dosificación por lavado. En particular se relaciona con composiciones de detergente concentradas en forma de partículas, formadas mediante extrusión y recubrimiento, en particular con aquellas formadas por extrusión de una mezcla seca de tensioactivo, corte de los productos extrudidos en partículas que tienen un diámetro de por lo menos dos veces su espesor y el recubrimiento de las partículas así formadas, mediante atomización de una solución acuosa de una sal inorgánica en un lecho fluido, y secado para formar una concha dura.

10 Las composiciones compactas o concentradas ofrecen como ventaja que el tamaño del empaque es reducido, lo cual es ambientalmente deseable. Sin embargo, el impacto visual en la estantería en puntos de venta al por menor, por ejemplo en estanterías de supermercado atiborradas, puede verse reducido también como un resultado del pequeño tamaño de producto. Puede mejorarse el atractivo visual aumentando empaque, pero esto es contraproducente desde un punto de vista ambiental.

15 El documento EP2166077A1 divulga una partícula para uso en una composición, que comprende una primera capa de recubrimiento, que incluye un material de recubrimiento seleccionado de entre un tensioactivo, precursor de tensioactivo, auxiliar de lavado, polímero que forma película y mezclas de ellos, y un núcleo, donde por lo menos una porción de dicho núcleo está recubierta por dicha cobertura, en la que la partícula comprende adicionalmente un pigmento que da matiz.

20 Es un objeto de la presente invención suministrar una composición detergente en forma de partículas, concentrada, empacada, que tiene un atractivo visual y aún estabilidad al almacenamiento, en cuanto se refiere a los rasgos visuales.

25 De acuerdo con la presente invención, se suministra una composición detergente en forma de partículas empacada, contenida en un empaque de acuerdo con la reivindicación 1.

Con el arreglo anterior, el producto de partículas es coloreado pero el colorante, el pigmento, tiene mayor estabilidad frente a la luz visible, y puede ser almacenado en empaques transparentes, mejorando de ese modo la estabilidad del mismo rasgo, suministrando notoriedad en la estantería.

Empaque transparente

30 En cuanto se refiere al empaque, "transparente" indica que la transmisión de luz es mayor a 25 % a la longitud de onda de aproximadamente 410-800 nm.

La capa transparente del empaque de acuerdo con la invención tiene preferiblemente una transmisión de más de 25 %, más preferiblemente más de 30 %, más preferiblemente más de 40 %, más preferiblemente más de 50 % en la parte visible del espectro (aprox. 410-800 nm).

35 De modo alternativo, la absorbancia de la capa transparente puede ser medida como menor a 0,6 (equivalente a aproximadamente 25 % de transmisión) o por tener transmisión mayor a 25 % en la que % de transmisión es igual a:

$$\frac{1}{10 \text{ absorbancia}} \times 100\%$$

40 Por el contrario, la absorbancia de la capa opaca puede ser medida como mayor a 0,6. Para efectos de la invención, en tanto una longitud de onda en el intervalo de luz visible tiene una transmisión mayor a 25 %, se considera que contenedor es transparente.

A menos que se indique de otro modo, todos los porcentajes están indicados como porcentajes en peso.

45 Los materiales adecuados para la capa interior transparente del empaque incluyen, pero no están limitados, a: polipropileno (PP), polietileno (PE), policarbonato (PC), poliamidas (PA) y/o polietilen tereftalato (PETE), cloruro de polivinilo (PVC); y poliestireno (PS). El contenedor puede ser formado por extrusión, moldeo, por ejemplo moldeo por soplado desde un molde previo o mediante termoformado o mediante moldeo por inyección. De modo

alternativo, la absorbancia de la botella puede ser medida como inferior a 0,6 (aproximadamente equivalente a transmisión de 25 %) o por tener transmisión mayor a 25 % en la que % de transmisión es igual a: $1/10^{\text{absorbancia}} \times 100\%$ y corresponde a niveles de absorbancia para los niveles preferidos remanentes anteriores.

Pigmento

- 5 El pigmento es añadido a la mezcla de tensioactivo en el núcleo, preferiblemente el pigmento es disuelto en el tensioactivo antes de que se forma el núcleo.

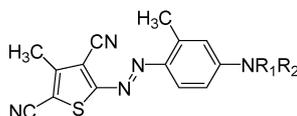
En Industrial Dyes editado por K. Hunger 2003 Wiley-VCH ISBN 3-527-30426-6 se describen los pigmentos.

- 10 Los pigmentos para uso en la presente invención son seleccionados de entre pigmentos aniónicos y no iónicos. Los pigmentos aniónicos tienen carga negativa en un medio acuoso a pH 7. Se encuentran ejemplos de pigmentos aniónicos en las clases de pigmentos ácidos y directos en el Color Index (Society de Dyers and Colourists y American Association de Textile Chemists and Colorists). Los pigmentos aniónicos contienen preferiblemente por lo menos un grupo sulfonato o carboxilato. Los pigmentos aniónicos no tienen carga en un medio acuoso a pH 7, en la clase de pigmentos dispersos en el Color Index se encuentran ejemplos.

- 15 Los pigmentos pueden ser alcoxilados. Los pigmentos alcoxilados son preferiblemente de la siguiente forma genérica: pigmento-NR₁R₂. El grupo NR₁R₂ está unido a un anillo aromático del pigmento. R₁ y R₂ son seleccionados independientemente de cadenas polioxilalquileo que tienen 2 o más unidades repetitivas y preferiblemente que tienen 2 a 20 unidades repetitivas. Los ejemplos de cadenas de polioxilalquileo incluyen óxido de etileno, óxido de propileno, óxido de glicidol, óxido de butileno y mezclas de ellos.

- 20 Una cadena preferida de polioxilalquileo es [(CH₂CR₃HO)_x(CH₂CR₄HO)_yR₅] en la cual x+y ≤ 5 en la que y ≥ 1 y z = 0 a 5, R₃ es seleccionado de: H; CH₃; CH₂O(CH₂CH₂O)_zH y mezclas de ellos; R₄ es seleccionado de: H; CH₂O(CH₂CH₂O)_zH y mezclas de ellos; y R₅ es seleccionado de: H; and, CH₃

Un pigmento alcoxilado preferido para uso en la invención es:



Preferiblemente el pigmento es seleccionado de pigmentos ácidos; pigmentos dispersos y pigmentos alcoxilados.

- 25 Más preferiblemente el pigmento es un pigmento no iónico.

Preferiblemente el pigmento es seleccionado de aquellos que tienen: cromóforos antraquinona; mono-azo; bis-azo; xanteno; ftalocianina; fenazina. Más preferiblemente el pigmento es seleccionado de aquellos que tienen: cromóforos antraquinona y mono-azo.

- 30 El pigmento es añadido a la pasta de cobertura y es agitado antes de la aplicación al núcleo de la partícula. La aplicación puede ocurrir por cualquier procedimiento adecuado, preferiblemente atomización sobre una partícula núcleo, como se detalló anteriormente.

El pigmento puede ser cualquier color, preferiblemente el pigmento es azul, violeta, verde o rojo. Más preferiblemente el pigmento es azul o violeta.

- 35 Preferiblemente el pigmento es seleccionado de: azul ácido 80, azul ácido 62, violeta ácido 43, verde ácido 25, azul directo 86, azul ácido 59, azul ácido 98, violeta directo 9, violeta directo 99, violeta directo 35, violeta directo 51, violeta ácido 50, amarillo ácido 3, rojo ácido 94, rojo ácido 51, rojo ácido 95, rojo ácido 92, rojo ácido 98, rojo ácido 87, amarillo ácido 73, rojo ácido 50, violeta ácido 9, rojo ácido 52, negro alimenticio 1, negro alimenticio 2, rojo ácido 163, negro ácido 1, naranja ácido 24, amarillo ácido 23, amarillo ácido 40, amarillo ácido 11, rojo ácido 180, rojo ácido 155, rojo ácido 1, rojo ácido 33, rojo ácido 41, rojo ácido 19, naranja ácido 10, rojo ácido 27, rojo ácido 26, naranja ácido 20, naranja ácido 6, ftalocianinas de Al y Zn sulfonadas, violeta solvente 13, violeta disperso 26, violeta disperso 28, verde solvente 3, azul solvente 63, azul disperso 56, violeta disperso 27, amarillo solvente 33, azul disperso 79:1.

El pigmento es preferiblemente un pigmento sombreado para impartir una percepción de blancura a un textil.

El pigmento puede estar enlazado de manera covalente a especies poliméricas.

- 45 Puede usarse una combinación de pigmentos.

Cada partícula tiene dimensiones particulares x, y y z, en las que x es de 0.2 a 2 mm, y es de 2.5 a 8 mm (preferiblemente 3 a 8 mm), y z es de 2,5 a 8 mm (preferiblemente 3 a 8 mm).

La cantidad de cubrimiento en cada partícula cubierta es de manera ventajosa de 10 a 45, más preferiblemente 20 a 35 % en peso de las partículas.

- 5 El porcentaje numérico de la composición empacada de partículas que comprende el núcleo y la cobertura es preferiblemente de por lo menos 85 %.

Las partículas cubiertas comprenden preferiblemente de 0,001 a 3 % en peso de perfume.

El núcleo de las partículas cubiertas comprende preferiblemente menos de 5 % en peso, incluso más preferiblemente menos de 2,5 % en peso de materiales inorgánicos.

- 10 El cubrimiento es preferiblemente carbonato de sodio, opcionalmente en mezcla con una cantidad menor de SCMC y más opcionalmente en mezcla con uno o más de silicato de sodio, sustancia fluorescente soluble en agua, pigmento sombreado soluble o dispersable en agua y pigmento o pigmento coloreado.

De modo deseable, las partículas son esferoides achatados en los polos con diámetro de 3 a 6 mm y espesor de 1 a 2 mm.

- 15 Por lo menos algo, y preferiblemente una porción mayoritaria en número de las partículas puede tener color diferente al blanco, dado que esto puede resaltar las partículas coloreadas. Se ha encontrado también que partículas de varios colores, por ejemplo algunas azules y algunas blancas, suministran incluso mayor definición visual para el control óptimo de la dosificación.

- 20 Puede suministrarse con un asa y /o un dispositivo de medición, o cuchara. El dispositivo de medición puede ser una tapa. Más preferiblemente, es una tapa de rosca dado que suministra una protección más confiable contra el ingreso de grandes cantidades de agua, originado por la incorrecta colocación de la tapa en uso.

Manufactura

La composición puede ser manufacturada de acuerdo con el proceso descrito en los documentos PCT/EP2010/055256 y PCT/EP2010/055257, es decir que incluye los pasos de:

- 25 a) formación de una mezcla de tensioactivo líquido que comprende una cantidad mayoritaria de tensioactivo y una cantidad minoritaria de agua, donde la parte de tensioactivo consiste en por lo menos 51 % en peso de alquilbenceno sulfonato lineal y por lo menos un cotensioactivo, la mezcla de tensioactivo consiste en a lo sumo 20 % en peso de tensioactivo no iónico;

- 30 b) secado de la mezcla de tensioactivo líquido del paso (a) en un evaporador o secador hasta un contenido de humedad inferior a 1,5 % en peso y enfriamiento de la salida del evaporador o secador;

- 35 c) alimentación del material frío, cuya salida comprende por lo menos 93 % en peso de mezcla de tensioactivo, con una parte mayoritaria de LAS, a un extrusor, opcionalmente junto con menos de 10 % en peso de otros materiales tales como perfume, agente fluorescente, y extrusión de la mezcla de tensioactivo para formar un producto extrudido, mientras se corta periódicamente el producto extrudido para formar partículas duras de detergente con un diámetro a través del extrusor mayor a 2 mm y un espesor a lo largo del eje del extrusor mayor a 0,2 mm, siempre y cuando el diámetro sea mayor al espesor;

- d) opcionalmente, recubrimiento de las partículas extrudidas de detergente duras, con hasta 30 % en peso de material de cobertura, preferiblemente seleccionado de material inorgánico y mezclas de tales materiales y material no iónico con un punto de fusión en el intervalo 40 a 90°C.

- 40 Para facilitar la extrusión puede ser ventajoso que el producto de salida seco frío de la etapa (b) de evaporador o secador, que comprende por lo menos 95 % en peso preferiblemente 96 % en peso, más preferiblemente 97 % en peso, más preferiblemente 98 % en peso de tensioactivo, sea transferido a un molino y molido hasta partículas de menos de 1,5 mm, preferiblemente menos de 1 mm de promedio de diámetro, antes de que sea alimentado a la etapa (c) de extrusión.

- 45 Para modificar las propiedades del material molido, puede añadirse al molino una ayuda de flujo en polvo, tal como Aerosil®, Alusil®, o Microsil®, con un diámetro de partícula de 0,1 a 10 mm, en una cantidad 0,5 a 5 % en peso, preferiblemente 0,5 a 3 % en peso (basado en la salida del molino) y mezclado dentro de las partículas durante la molienda.

El producto de salida del paso b, o el paso intermedio de molienda, si se usa, es alimentado al extrusor,

opcionalmente junto con cantidades menores (inferiores a 10 % en peso del total) de otros materiales tales como perfume y /o agente fluorescente, y la mezcla de materiales alimentados al extrusor es extrudida para formar un producto extrudido con un diámetro mayor a 2 mm, preferiblemente mayor a 3 mm, más preferiblemente mayor a 4 mm y preferiblemente con un diámetro inferior a 7 mm, más preferiblemente inferior a 5 mm, mientras
5 periódicamente se corta el producto extrudido para formar partículas duras de detergente con un espesor máximo mayor a 0,2 mm y menor a 3 mm, preferiblemente menor a 2 mm, más preferiblemente menor a aproximadamente 1,5 mm y mayor que aproximadamente 0,5 mm, incluso 0,7 mm. Mientras el producto extrudido preferido es de corte transversal circular, la invención abarca también otros cortes transversales tales como triangular, rectangular e incluso cortes transversales complejos, tales como una imitación de una flor con "pétalos" rotacionalmente
10 simétricos. En verdad la invención puede ser operada sobre cualquier producto extrudido que pueda ser forzado a través de un hueco en el extrusor o placa de extrusor; la clave es que el promedio de espesor del producto extrudido debería ser mantenido por debajo del nivel donde la disolución sea lenta. Como se discutió anteriormente, este es un espesor de aproximadamente 2 mm. De modo deseable, se hacen múltiples extrusiones simultáneamente y ellas pueden tener todas el mismo corte transversal o pueden tener diferentes cortes transversales. Normalmente tendrán todas la misma longitud dado que son cortadas con el cuchillo. El cuchillo de corte debería ser tan delgado como fuera posible, para permitir una elevada velocidad de extrusión y mínima distorsión del producto extrudido, durante el corte. La extrusión debería tener lugar preferiblemente a una temperatura inferior a 45°C, más preferiblemente inferior a 40°C, para evitar adherencia y facilitar el corte. Los productos extrudidos de acuerdo con el presente proceso son cortados de modo que su mayor dimensión está a través del extrusor y la menor dimensión está a lo largo del eje del extrusor. Esto es opuesto a la extrusión normal de tensioactivos. El corte de esta forma aumenta el área superficial que está en una superficie "de corte". Ello permite también que después del corte la partícula extrudida se expanda considerablemente a lo largo de su eje, mientras mantiene una relación relativamente alta de superficie a volumen, de lo cual se cree aumenta su solubilidad y también da como resultado una atractiva apariencia biconvexa, o lenticular. En otra parte se hace referencia a esta forma como un esferoide achatado en los polos. Esta es esencialmente una rotación de una elipse sobre su eje menor.

Es sorprendente que a muy bajos contenidos de agua, el LAS que contiene mezclas de tensioactivo puede ser extrudido para hacer partículas sólidas de detergente que son suficientemente duras para ser usadas sin ninguna necesidad de ser estructuradas por materiales inorgánicos u otros materiales estructurales, como se encuentra
30 comúnmente en partículas de detergente extrudidas por la técnica previa. Así, la cantidad de tensioactivo en la partícula de detergente puede ser mucho mayor y la cantidad de sustancia auxiliar de lavado en la partícula de detergente puede ser mucho menor.

Preferiblemente la mezcla en el paso (a) comprende por lo menos aproximadamente 60 % en peso, más preferiblemente por lo menos aproximadamente 70 % en peso de tensioactivo y preferiblemente a lo sumo aproximadamente 40 % en peso, más preferiblemente a lo sumo 30 % en peso de agua, donde la parte de tensioactivo consiste en por lo menos 51 % en peso de sal de alquilbenceno sulfonato lineal (LAS) y por lo menos un cotensioactivo.

Preferiblemente, el cotensioactivo es elegido de entre el grupo que consiste en: SLES, y no iónico, junto con jabón opcional y mezclas de ellos. La única condición es que cuando se usa no iónico, se ha hallado que el límite superior para la cantidad de tensioactivo no iónico es 20 % en peso del tensioactivo total, para evitar que el material seco sea demasiado suave y cohesivo para extrudir, porque tiene un valor de dureza inferior a 0,5 MPa.

Preferiblemente, la mezcla de tensioactivo se seca en el paso (b) hasta un contenido de humedad inferior a 1,2 % en peso, más preferiblemente menos de 1,1 % en peso, y más preferiblemente menos de 1 % en peso.

El secado puede ser llevado a cabo de manera adecuada usando un evaporador de película barrida o un secador Chemithon Turbo Tube®.

Las partículas extrudidas duras de detergente pueden ser cubiertas transfiriéndolas a un lecho fluido y atomizando sobre ellas hasta 40 % en peso (basado en la partícula de detergente cubierta) de material inorgánico en solución acuosa y retirando por secado el agua.

Si el material de cobertura no contribuye al desempeño de lavado de la composición, entonces es deseable mantener el nivel de cobertura tan bajo como sea posible, preferiblemente inferior a 35 % en peso, incluso inferior a 30 % en peso, especialmente para partículas extrudidas más grandes con una relación de área superficial a volumen mayor a 4 mm⁻¹.

De modo sorprendente, se ha hallado que la apariencia de las partículas cubiertas en un empaque es muy agradable. Sin desear estar atados a la teoría, se cree que esta apariencia de cobertura de alta calidad es debida a la suavidad de la partícula subyacente extrudida y cortada. Iniciando con una superficie suave, se ha hallado de

manera inesperada que es fácil obtener un acabado cubierto de alta calidad (como se mide por reflectancia de luz y suavidad) usando técnicas de cobertura simples.

La composición de detergente comprende preferiblemente por lo menos 85 % en peso de partículas cubiertas. Sin embargo, son posibles composiciones con hasta 100 % en peso de las partículas, cuando se incorporan aditivos básicos dentro de las partículas extrudidas, o dentro de su cobertura. La composición puede comprender también, por ejemplo, un gránulo antiespuma.

Pueden usarse en mezcla partículas de diferentes colores, o pueden mezclarse con polvo de contacto. Desde luego, pueden usarse también partículas del mismo color una de otra, para formar una composición completa. Como se describió anteriormente, la calidad de cobertura y apariencia son muy buenas, debido a la excelente superficie de los productos extrudidos cortados, sobre los cuales se aplica el cubrimiento, en asociación con el gran tamaño de partícula y relaciones S/V de las partículas preferidas.

Se prefiere particularmente que las partículas de detergente incluyan perfume. El perfume puede ser añadido dentro del extrusor o mezclado previamente con la mezcla de tensioactivo en el molino, o en un mezclador colocado después del molino, sea como un líquido o como partículas encapsuladas de perfume. En un proceso alternativo, puede mezclarse el perfume con un material no iónico y mezclarse. Tal mezcla puede ser aplicada de modo alternativo cubriendo las partículas extrudidas, por ejemplo atomizándola mezclada con tensioactivo no iónico fundido. El perfume puede ser introducido también en la composición por medio de un gránulo separado de perfume y entonces la partícula de detergente no necesita incluir ningún perfume.

La mezcla de tensioactivo

Se prefieren las mezclas de tensioactivo que no requieren la presencia de agentes auxiliares de relleno para una detergencia efectiva en agua dura. Si ellas pasan la prueba establecida aquí a continuación, tales mezclas son llamadas mezclas de tensioactivo tolerantes al calcio. Así, puede ser ventajoso si el núcleo extrudido se hace usando una mezcla de tensioactivo tolerante al calcio, de acuerdo con la prueba descrita aquí. Sin embargo, la invención puede también usarse para el lavado en agua blanda, sea de ocurrencia natural o usando un suavizador de agua. En este caso, la tolerancia al calcio ya no es importante y pueden usarse mezclas diferentes a las tolerantes al calcio.

El LAS puede ser reemplazado por lo menos parcialmente por MES, o, menos preferiblemente, reemplazado parcialmente por esta 20 % en peso de PAS.

Mezcla

Se mezclan los tensioactivos antes de ser introducidos al secador. Se usa equipo convencional de mezcla.

Secado

Para lograr el muy bajo contenido de humedad de la mezcla de tensioactivo, pueden usarse dispositivos de película raspada. Una forma preferida de dispositivo de película raspada es un evaporador de película barrida. Un evaporador adecuado de película barrida así, es el "sistema Dryex" basado en un evaporador de película barrida disponible de Ballestra S.p.A.. El equipo alternativo de secado incluye secadores de tipo tubo, tales como un secador Chemithon Turbo Tube®, y secadores de jabón.

Enfriamiento y molienda

A continuación el material caliente que sale del secador de película raspada es enfriado y quebrado hasta partículas del tamaño adecuado, para alimentar el extrusor. El enfriamiento y ruptura simultáneos hasta hojuelas puede ser llevado a cabo de manera conveniente usando un rodillo frío. Si las hojuelas del rodillo frío no son adecuadas para la alimentación directa del extrusor, pueden ser molidas en un aparato de molienda y/o pueden ser mezcladas con otros ingredientes líquidos o sólidos, en un aparato de mezcla y molienda, tal como un molino de cinta. Tal material molido o mezclado tiene de manera deseable un tamaño de partícula 1 mm o menos, para alimentar al extrusor.

Es particularmente ventajoso añadir una ayuda de molienda en este punto del proceso. Como una ayuda de molienda, se prefiere para el uso el material en partículas con un promedio de tamaño de partícula de 10 nm a 10 µm. Entre tales materiales, pueden mencionarse, a modo de ejemplo: aerosil®, alusil®, y microsíl®.

Extrusión y corte

El extrusor suministra oportunidades adicionales para mezclar ingredientes diferentes a tensioactivos, o incluso para añadir tensioactivos adicionales. Sin embargo, en general se prefiere que la totalidad del tensioactivo

aniónico, u otro tensioactivo suministrado en mezcla con agua; es decir como pasta o solución, sea añadida al secador para asegurar que el contenido de agua puede ser reducido entonces y que el material alimentado a y a través del extrusor, es suficientemente seco. Los materiales adicionales que pueden ser mezclados dentro del extrusor son así principalmente aquellos que son usados a niveles muy bajos en la composición detergente: tales como un agente fluorescente, un pigmento sombreado, enzimas, perfume, antiespumantes de silicona, aditivos poliméricos y agentes conservantes. Se ha hallado que el límite sobre tales materiales adicionales mezclados en el extrusor está aproximadamente en 10 % en peso, pero para la calidad de productos se prefiere que sea mantenido idealmente en un máximo de 5 % en peso. En general se prefieren los aditivos sólidos. Los líquidos, tales como perfume, pueden ser añadidos en niveles de hasta 2,5 % en peso, preferiblemente hasta 1,5 % en peso. Preferiblemente, a la mezcla que está siendo extrudida no se añaden materiales sólidos en partículas, que dan estructura, o agentes de relleno (que absorben líquidos) tales como zeolitas, carbonato, silicato. Estos materiales no son requeridos debido a las propiedades de autoestructura del material de alimentación muy seco basado en LAS. Si se usa alguno, la cantidad total debería ser inferior a 5 % en peso, preferiblemente inferior a 4 % en peso, más preferiblemente inferior a 3 % en peso. A tales niveles no ocurre formación significativa de estructura y el material inorgánico en partículas es añadido para un propósito diferente, por ejemplo como una ayuda de flujo, para mejorar la alimentación de partículas al extrusor.

El producto de salida del extrusor tiene la forma que le imparte el dado de extrusión usado. El material extrudido tiene una tendencia a hincharse en el centro, respecto a la periferia. Se ha hallado que si un producto extrudido cilíndrico es tajado de manera regular a medida que abandona el extrusor, las formas resultantes son cilindros cortos con dos extremos convexos. Estas partículas son descritas aquí como esferoides con los polos achatados, o lentejas. Esta forma es visualmente agradable.

Cobertura

Una variante ventajosa del proceso toma las partículas extrudidas tajadas y las corta. Esto permite que las partículas sean coloreadas fácilmente. También adicionalmente reduce la adhesividad del núcleo tensioactivo higroscópico, hasta un punto en que las partículas fluyen libremente. La cobertura las hace más adecuadas para uso en composiciones de detergente que pueden ser expuestas a humedad elevada por periodos largos.

Cubriendo tales partículas extrudidas grandes, el espesor de la cobertura obtenible usando un nivel de recubrimiento de, digamos 5 % en peso, es mucho mayor del que sería logrado sobre gránulos de detergente de tamaño típico (esferas de diámetro de 0,5-2 mm).

Las partículas extrudidas pueden ser consideradas como esferoides con polos achatados, con un radio mayor "a" y radio menor "b". Por ello, la relación de área superficial (S) a volumen (V) puede ser calculada:

$$\frac{S}{V} = \frac{3}{2b} + \frac{3b}{4\epsilon a^2} \ln\left(\frac{1+\epsilon}{1-\epsilon}\right) \text{ mm}^{-1}$$

donde ϵ es la excentricidad de la partícula.

Para propiedades de disolución óptimas, esta relación de área superficial a volumen tiene que ser mayor a 3 mm⁻¹. Sin embargo, el espesor de la cobertura es inversamente proporcional a este coeficiente, y por ello para la cobertura la relación "área superficial de partícula cubierta" dividida por "volumen de partícula cubierta" debería ser inferior a 15 mm⁻¹.

Aunque la persona experta deberían asumir que puede usarse cualquier cobertura conocida, por ejemplo orgánica, incluyendo polímeros, se ha hallado que es particularmente ventajoso usar una cobertura inorgánica depositada mediante cristalización desde una solución acuosa, dado que parece que esto da unos beneficios positivos de disolución y la cobertura da un buen color a la partícula de detergente, incluso para bajos niveles de cobertura. Una atomización acuosa de solución de cobertura en un lecho fluido, puede generar también un ligero redondeamiento adicional de las partículas de detergente, durante el proceso de fluidización.

Las soluciones de cobertura inorgánicas adecuadas incluyen carbonato de sodio, posiblemente en mezcla con sulfato de sodio, y cloruro de sodio. Pueden añadirse a la cobertura colorantes alimenticios, colorantes sombreados, agentes fluorescentes y otros modificadores ópticos, disolviéndolos en la solución o dispersión de atomización. El uso de una sal auxiliar de lavado, tal como carbonato de sodio, es particularmente ventajoso porque permite que la partícula de detergente tenga un desempeño incluso mejor, amortiguando el sistema en uso, a un pH ideal para máxima detergencia del sistema tensioactivo aniónico. También ello aumenta la fuerza iónica, de la cual se sabe que mejora la limpieza en agua dura, y es compatible con otros ingredientes de detergente que pueden estar mezclados con las partículas extrudidas de detergente cubiertas. Si se usa un lecho fluido para aplicar la solución de cobertura, el trabajador experto sabrá cómo ajustar las condiciones de atomización, en

términos de número de Stokes y posiblemente número de Akkermans (FNm), de modo que las partículas estén cubiertas y no aglomeradas de manera significativa. En los documentos EP1187903, EP993505 y Powder technology 65 (1991) 257-272 (Ennis) puede hallarse una enseñanza adecuada para ayudar en esto.

5 Aquellos expertos en la técnica notarán que podrían aplicarse coberturas de varias capas, del mismo o diferentes materiales de cobertura, pero se prefiere una capa individual de cobertura, por la simplicidad de operación, y para maximizar el espesor de la cobertura. La cantidad de cobertura debería estar en el intervalo de 3 a 50 % en peso de la partícula, preferiblemente 20 a 40 % en peso, para los mejores resultados en términos de propiedades de anti-aglomeración de las partículas de detergente.

La composición extrudida de detergente en forma de partículas

10 Las partículas cubiertas se disuelven fácilmente en agua y dejan muy poco residuo o no dejan residuo por disolución, debido a la ausencia de materiales insolubles de estructura, tales como zeolita. Las partículas cubiertas tienen una apariencia visual excepcional, debido a la suavidad de la cobertura, acoplada con la suavidad de las partículas subyacentes, de la cual se cree también que es un resultado de la ausencia de material estructural en forma de partículas en las partículas extrudidas.

15 Forma

La partícula de detergente cubierta es curva. La partícula de detergente cubierta es preferiblemente lenticular (forma similar a la de una lenteja entera seca), un elipsoide de polos achatados, donde z y y son los diámetros ecuatoriales y x es el diámetro polar; preferiblemente $y = z$.

20 El tamaño es tal que y y z son por lo menos 3 mm, preferiblemente 4 mm, más preferiblemente 5 mm y x está en el intervalo de 1 a 2 mm.

La partícula de detergente cubierta de la colada puede tener la forma de un disco.

Composición del núcleo

El núcleo es principalmente tensioactivo. Puede incluir también aditivos para detergencia, tales como perfume, pigmentos sombreados, enzimas, polímeros de limpieza y polímeros para liberación de suciedad.

25 Tensioactivo

La partícula recubierta de detergente de la colada comprende entre 50 y 90 % en peso de un tensioactivo, más preferiblemente 70 a 90 % en peso. En general, los tensioactivos aniónicos y no iónicos del sistema tensioactivo pueden ser elegidos de entre los tensioactivos descritos en "Surface Active Agents" vol. 1, por Schwartz & Perry, Interscience 1949, vol. 2 por Schwartz, Perry & Berch, Interscience 1958, en la edición actual de "McCutcheon's Emulsifiers and Detergents" publicada por Manufacturing Confectioners Company o en "Tenside Taschenbuch", H. Stache, 2ª ed., editorial Carl Hauser, 1981. Preferiblemente los tensioactivos usados son saturados.

1) Tensioactivos aniónicos

35 Los compuestos detergentes aniónicos adecuados que pueden ser usados son usualmente sales de metales alcalinos solubles en agua, de sulfatos y sulfonatos orgánicos que tienen radicales alquilo que contienen desde aproximadamente 8 a aproximadamente 22 átomos de carbono, donde el término alquilo es usado para incluir la porción alquilo de radicales acilo superiores. Son ejemplos de compuestos detergentes aniónicos sintéticos adecuados los sulfatos de alquilo de sodio y potasio, especialmente aquellos obtenidos por sulfatación de alcoholes C8 a C18 superiores, producidos por ejemplo a partir de sebo o aceite de coco, alquil C9 a C20 benceno sulfonatos de sodio y potasio, en particular alquil C10 a C15 benceno sulfonatos secundarios lineales de sodio; y alquil gliceril éter sulfatos de sodio, en especial aquellos éteres de los alcoholes superiores derivados de sebo o aceite de coco y alcoholes sintéticos derivados de petróleo. Los tensioactivos aniónicos más preferidos son lauril éter sulfato de sodio (SLES), preferidos de modo particular con 1 a 3 grupos etoxi, alquil C10 a C15 benceno sulfonatos de sodio y alquil C12 a C18 sulfatos de sodio. También son aplicables tensioactivos tales como aquellos descritos en el documento EP-A-328 177 (Unilever), que muestran resistencia a la separación por sal, los tensioactivos de alquil poliglicósidos descritos en el documento EP-A-070 074, y alquil monoglicósidos. Las cadenas de los tensioactivos pueden ser ramificadas o lineales.

45 Pueden estar presentes también jabones. El jabón de ácido graso usado preferiblemente contiene aproximadamente 16 a aproximadamente 22 átomos de carbono, preferiblemente en una configuración de cadena recta. La contribución aniónica del jabón puede ser de 0 a 30 % en peso del aniónico total. No se prefiere el uso de más de 10 % en peso de jabón.

Preferiblemente, por lo menos 50 % en peso del tensioactivo aniónico es seleccionado de: alquil C11 a C15 benceno sulfonatos de sodio; y alquil C12 a C18 sulfatos de sodio.

Preferiblemente, el tensioactivo aniónico está presente en la partícula recubierta de detergente de la colada, en niveles entre 15 a 85 % en peso, más preferiblemente 50 a 80 % en peso.

5 2) Tensioactivos no iónicos

Los compuestos detergentes no iónicos adecuados que pueden ser usados incluyen, en particular, los productos de reacción de compuestos que tienen un grupo hidrófobo y un átomo reactivo de hidrógeno, por ejemplo, alcoholes, ácidos, amidas o alquil fenoles alifáticos, con óxidos de alquileo, en especial óxido de etileno sea sólo o con óxido de propileno. Los compuestos detergentes no iónicos preferidos son condensados de óxido de etileno con alquil C6 a C22 fenol, en general 5 a 25 EO, es decir 5 a 25 unidades de óxido de etileno por molécula, y los productos de condensación de alcoholes alifáticos C8 a C18 primarios o secundarios, lineales o ramificados con óxido de etileno, en general 5 a 50 EO. Preferiblemente, el no iónico es 10 a 50 EO, más preferiblemente 20 a 35 EO. Se prefieren particularmente alquil etoxilatos.

15 Preferiblemente el tensioactivo no iónico está presente en la partícula recubierta de detergente de la colada en niveles entre 5 a 75 % en peso, más preferiblemente 10 a 40 % en peso.

El tensioactivo catiónico puede estar presente en ingredientes menores, en niveles preferiblemente entre 0 a 5 % en peso.

20 Preferiblemente todos los tensioactivos se mezclan juntos antes de ser secados. Puede usarse equipo convencional de mezcla. El núcleo de tensioactivo de la partícula de detergente de la colada puede ser formado mediante compactación con rodillos y subsiguiente recubrimiento con una sal inorgánica.

Sistema tensioactivo tolerante al calcio

En otro aspecto, el núcleo es tolerante al calcio y este es un aspecto preferido porque reduce la necesidad de un agente auxiliar de lavado.

25 Se prefieren las mezclas de tensioactivo que no requieren la presencia de agentes auxiliares de lavado, para una detergencia efectiva en agua dura. Tales mezclas son llamadas mezclas de tensioactivo tolerantes al calcio, si pasan la prueba establecida aquí posteriormente. Sin embargo, la invención puede ser usada también para el lavado con agua blanda, sea de ocurrencia natural o haciendo uso de un suavizador de agua. En este caso, la tolerancia al calcio ya no es importante y pueden usarse mezclas diferentes a las tolerantes al calcio.

La tolerancia al calcio de la mezcla de tensioactivo es probada como sigue:

30 La mezcla de tensioactivo en cuestión es preparada a una concentración de 0,7 g de sólidos de tensioactivo por litro de agua, que contiene suficientes iones calcio para una dureza francesa de 40 (4×10^{-3} molar de Ca^{2+}). Se añaden a la solución otros electrolitos libres de dureza iónica, tales como cloruro de sodio, sulfato de sodio e hidróxido de sodio, para ajustar la fuerza iónica a 0,05M y el pH a 10. Se mide la absorción de luz de longitud de onda 540 nm a través de 4 mm de muestra, 15 minutos después de la preparación de la muestra. Se hacen diez mediciones y se calcula un valor promedio. Se estima que las muestras que dan un valor de absorción inferior a 0,08 son tolerantes al calcio.

40 Los ejemplos de mezclas de tensioactivo que satisfacen la prueba anterior para la tolerancia al calcio incluyen aquellos que tienen una parte mayoritaria de tensioactivo LAS (que no es en sí mismo tolerante al calcio) mezclado con uno o más otros tensioactivos (cotensioactivos) que son tolerantes al caso, para dar una mezcla que es suficientemente tolerante al calcio para ser utilizable con poco o sin agente auxiliar de lavado y para pasar la prueba dada. Los cotensioactivos tolerantes al calcio adecuados incluyen SLES 1-7 EO, y tensioactivos no iónicos de alquil etoxilatos, en particular aquellos con puntos de fusión inferiores a 40°C.

45 Una mezcla de tensioactivo LAS/SLES tiene un perfil de espuma superior a una mezcla de tensioactivo LAS no iónico y por ello es preferida para formulaciones para el lavado de manos, que requieren altos niveles de espuma. Los SLES pueden ser usados en niveles de hasta 30 %.

Una mezcla de tensioactivo LAS/NI suministra una partícula más dura y su menor perfil de espuma la hace más adecuada para uso en máquinas de lavado automático.

La cobertura

El principal componente de la cobertura es la sal inorgánica soluble en agua. En la cobertura pueden incluirse otros

ingredientes compatibles con agua. Por ejemplo agentes fluorescentes, SCMC, pigmentos adicionales, por ejemplo pigmentos sombreados, pigmentos, silicatos.

Sales inorgánicas solubles en agua

5 Las sales inorgánicas solubles en agua son seleccionadas preferiblemente de entre carbonato de sodio, cloruro de sodio, silicato de sodio y sulfato de sodio, o mezclas de ellos, más preferiblemente 70 a 100 % en peso de carbonato de sodio. La sal inorgánica soluble en agua está presente como una cobertura sobre la partícula. La sal inorgánica soluble en agua está presente preferiblemente en un nivel que reduce la adhesividad de la partícula de detergente de lavandería, hasta un punto donde las partículas fluyen libremente.

10 Aquellos expertos en la técnica notarán que podrían aplicarse coberturas de varias capas, de los mismos o diferentes materiales de cobertura, pero se prefiere una capa individual de cobertura, por simplicidad de operación y para maximizar el espesor de la cobertura. La cantidad de cobertura debería estar en el intervalo de 1 a 40 % en peso de la partícula, preferiblemente 20 a 40 % en peso, incluso más preferiblemente 25 a 35 % en peso, para los mejores resultados en términos de propiedades antiaglomeración de las partículas de detergente.

15 La cobertura es aplicada a la superficie del núcleo de tensioactivo, mediante cristalización desde una solución acuosa de la sal inorgánica soluble en agua. La solución acuosa contiene preferiblemente más de 50g/L, más preferiblemente 200 g/L de la sal. Se ha hallado que una atomización acuosa de la solución de cobertura en un lecho fluido da buenos resultados y puede generar también un ligero redondeamiento de las partículas de detergente, durante el proceso de fluidización. Puede requerirse secado y/o enfriamiento para terminar el proceso.

20 Mediante cobertura de las partículas grandes de detergente de la presente invención, el espesor de cobertura obtenible por uso de una capa de cobertura de, digamos 5 % en peso, es mucho mayor del que sería logrado sobre gránulos de detergente que tienen tamaño típico (esferas con diámetro de 0,5-2 mm).

25 Para las propiedades óptimas de disolución, esta relación de área superficial a volumen tiene que ser mayor a 3 mm^{-1} . Sin embargo, el espesor de cobertura es inversamente proporcional a este coeficiente, y por ello para la cobertura la relación "área superficial de partícula cubierta" dividida por "volumen de partícula cubierta" debería ser inferior a 15 mm^{-1} .

Una partícula de detergente cubierta para la colada con tolerancia al calcio preferida comprende 15 a 100 % en peso de tensioactivo aniónico, del cual 20 a 30 % en peso es lauril éter sulfato de sodio.

La partícula de detergente cubierta

30 Preferiblemente, la partícula de detergente cubierta comprende de 70 a 100 % en peso, más preferiblemente de 85 a 90 % en peso, de una composición de detergente en un empaque.

Preferiblemente, las partículas cubiertas de detergente tienen sustancialmente la misma forma y tamaño, por ello se entiende que por lo menos 90 a 100 % de las partículas cubiertas de detergente para la colada en las dimensiones x, y y z están dentro de un 20 %, preferiblemente 10 %, variable desde la partícula de detergente cubierta para la colada más grande a la más pequeña, en la dimensión correspondiente.

Contenido de agua

La partícula comprende preferiblemente de 0 a 15 % en peso en agua, más preferiblemente 0 a 10 % en peso, más preferiblemente de 1 a 5 % en peso en agua, a 293 K y 50 % de humedad relativa. Esto facilita la estabilidad al almacenamiento de la partícula y sus propiedades mecánicas.

Otros ingredientes

40 Los ingredientes descritos a continuación pueden estar presentes en la cobertura o el núcleo.

Agente fluorescente

45 La partícula de detergente cubierta para la colada comprende preferiblemente un agente fluorescente (abrillantador óptico). Los agentes fluorescentes son bien conocidos y muchos de tales agentes fluorescentes están disponibles comercialmente. Usualmente, estos agentes fluorescentes son suministrados y usados en la forma de sus sales de metal alcalino, por ejemplo las sales de sodio. La cantidad total de agente o agentes fluorescentes usados en la composición es generalmente de 0,005 a 2 % en peso, más preferiblemente 0,01 a 0,1 % en peso. Los agentes fluorescentes adecuados para uso en la invención son descritos en el capítulo 7 de Industrial Dyes editado por K. Hunger 2003 Wiley-VCH ISBN 3-527-30426-6.

Los agentes fluorescentes preferidos son seleccionados de las clases de diestirilbifenilos, triazinilaminostilbenos,

bis(1,2,3-triazol-2-il)estilbenos, bis(benzo[b]furan-2-il)bifenilos, 1,3-difenil-2-pirazolinas y curmarinas. El agente fluorescente es preferiblemente sulfonado.

Son clases preferidas de agentes fluorescentes: compuestos de di-estiril bifenilo, por ejemplo Tinopal (marca registrada) CBS-X, compuestos de ácido di-aminestilbeno di-sulfónico, por ejemplo Tinopal DMS pure Xtra y Blankophor (marca registrada) HRH, y compuestos de pirazolina, por ejemplo Blankofor SN. Son agentes fluorescentes preferidos: 2 (4-estiril-3-sulfofenil)-2H-naftol[1,2-d]triazole de sodio, 4,4'-bis{[(4-anilino-6-(N metil-N-2 hidroxietil) amino 1,3,5-triazin-2-il)]amino}estilben-2-2' disulfonato de disodio, 4,4'-bis{[(4-anilino-6-morfolino-1,3,5-triazin-2-il)]amino} estilben-2-2' disulfonato de disodio, y 4,4'-bis(2-sulfoestiril)bifenilo de disodio.

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

Perfume

Preferiblemente, la composición comprende un perfume. El perfume está preferiblemente en el intervalo de 0,001 a 3 % en peso, más preferiblemente 0,1 a 1 % en peso. En la CTFA (Cosmetic, Toiletry and Fragrance Association) 1992 International Buyers Guide, publicado por CFTA Publications y OPD 1993 Chemicals Buyers Directory 80ª edición anual, publicada por Schnell Publishing Co se suministran muchos ejemplos adecuados de perfumes.

Es común que una pluralidad de componentes de perfume esté presente en una formulación. En las composiciones de la presente invención, se prevé que habrá cuatro o más, preferiblemente cinco o más, más preferiblemente seis o más o incluso siete o más diferentes componentes de perfume.

En mezclas de perfume, preferiblemente 15 a 25 % en peso son notas de cabeza. Las notas de cabeza son definidas por Poucher (Journal of the Society of Cosmetic Chemists 6(2):80 [1955]). Las notas de cabeza preferidas son seleccionadas de aceites cítricos, linalool, linalil acetato, lavanda, dihidromircenol, óxido de rosas y cis-3-hexanol.

Se prefiere que las partículas cubiertas de detergente para la colada no contengan un blanqueador de peroxígeno, por ejemplo percarbonato de sodio, perborato de sodio y perácido.

Polímeros

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

Enzimas

En la composición están presentes preferiblemente una o más enzimas.

Preferiblemente el nivel de cada enzima es de 0,0001 % en peso a 0,5 % en peso de proteína.

Las enzimas contempladas de modo especial incluyen proteasas, alfa-amilasas, celulasas, lipasas, peroxidasa/oxidasas, pectato liasas, y mananasas, o mezclas de ellas.

Las lipasas adecuadas incluyen aquellas de origen bacteriano o fúngico. Se incluyen mutantes modificados por vía química o con ingeniería de proteínas. Los ejemplos de lipasas útiles incluyen lipasas de Humicola (sinónimo Thermomyces), por ejemplo de H. lanuginosa (T. lanuginosus) como se describe en los documentos EP 258 068 y EP 305 216 o de H. insolens como se describe en el documento WO 96/13580, una lipasa de Pseudomonas, por ejemplo de P. alcaligenes o P. pseudoalcaligenes (EP 218 272), P. cepacia (EP 331 376), P. stutzeri (GB 1,372,034), P. fluorescens, cepa Pseudomonas sp. SD 705 (WO 95/06720 y WO 96/27002), P. wisconsinensis (WO 96/12012), una lipasa de Bacillus, por ejemplo de B. subtilis (Dartois et al. (1993), Biochemica et Biophysica Acta, 1131, 253-360), B. stearothermophilus (JP 64/744992) o B. pumilus (WO 91/16422).

Otros ejemplos son variantes de lipasa tales como aquellos escritos en los documentos WO 92/05249, WO 94/01541, EP 407 225, EP 260 105, WO 95/35381, WO 96/00292, WO 95/30744, WO 94/25578, WO 95/14783, WO 95/22615, WO 97/04079 y WO 97/07202, WO 00/60063, WO 09/107091 y WO09/111258.

Las enzimas de lipasa preferidas incluyen Lipolase^{MR} y Lipolase Ultra^{MR}, LipexTM (Novozymes A/S) y Lipoclean^{MR}.

El procedimiento de la invención puede ser llevado a cabo en la presencia de fosfolipasa clasificada como EC 3.1.1.4 y/o EC 3.1.1.32. Como se usa aquí, el término fosfolipasa es una enzima que tiene actividad hacia los fosfolípidos.

Los fosfolípidos, tales como lecitina o fosatidilcolina, consisten en glicerol esterificado con dos ácidos grasos en una posición exterior (sn-1) y la posición central (sn-2) y esterificado con ácido fosfórico en la tercera posición; a su vez, el ácido fosfórico puede estar esterificado con un amino-alcohol. Las fosfolipasas son enzimas que participan en la hidrólisis de fosfolípidos. Pueden distinguirse varios tipos de actividad de fosfolipasa, incluyendo fosfolipasas A1 y A2 que hidrolizan un grupo acilo graso (en la posición sn-1 y sn-2, respectivamente) para formar lisofosfolípido; y lisofosfolipasa (o fosfolipasa B) que puede hidrolizar el grupo acilo graso remanente en lisofosfolípido. La fosfolipasa C y fosfolipasa D (fosfodiesterasas) liberan diacil glicerol o ácido fosfatídico respectivamente.

Las proteasas adecuadas incluyen aquellas de origen animal, vegetal o microbiano. Se prefiere el origen microbiano. Se incluyen mutantes modificados por vía química o con ingeniería de proteínas. La proteasa puede ser una serin proteasa o una metalo proteasa, preferiblemente una proteasa microbiana alcalina o una proteasa similar a la tripsina. Las enzimas de proteasa adecuadas incluyen Alcalase^{MR}, Savinase^{MR}, Primase^{MR}, Duralase^{MR}, Dyrazym^{MR}, Esperase^{MR}, Everlase^{MR}, Polarzyme^{MR}, y Kannase^{MR}, (Novozymes A/S), Maxatase^{MR}, Maxacal^{MR}, Maxapem^{MR}, Properase^{MR}, Purafect^{MR}, Purafect OxP^{MR}, FN2^{MR}, y FN3^{MR} (Genencor International Inc.).

El procedimiento de la invención puede ser llevado a cabo en la presencia de cutinasa clasificada en EC 3.1.1.74. La cutinasa usada de acuerdo con la invención puede ser de cualquier origen. Preferiblemente, las cutinasas son de origen microbiano, en particular de origen bacteriano, fúngico o de levadura.

Las amilasas (alfa y/o beta) adecuadas incluyen aquellas de origen bacteriano o fúngico. Se incluyen mutantes modificados por vía química o por ingeniería de proteínas. Las amilasas incluyen, por ejemplo, alfa-amilasas obtenidas de Bacillus, por ejemplo una cepa especial de B. licheniformis, descrita en más detalle en el documento GB 1.296.839, o las cepas Bacillus sp. divulgadas en los documentos WO 95/026397 o WO 00/060060. Son amilasas adecuadas Duramyl^{MR}, Termamyl^{MR}, Termamyl Ultra^{MR}, Natalase^{MR}, Stainzyme^{MR}, Fungamyl^{MR} y BAN^{MR} (Novozymes A/S), Rapidase^{MR} y Purastar^{MR} (de Genencor International Inc.).

Las celulasas adecuadas incluyen aquellas de origen bacteriano o fúngico. Se incluyen mutantes modificados por vía química o por ingeniería de proteínas. Las celulasas adecuadas incluyen celulasas de los géneros Bacillus, Pseudomonas, Humicola, Fusarium, Thielavia, Acremonium, por ejemplo las celulasas fúngicas producidas a partir de Humicola insolens, Thielavia terrestris, Myceliophthora thermophila, y Fusarium oxysporum divulgadas en los documentos US 4.435.307, US 5.648.263, US 5.691.178, US 5.776.757, WO 89/09259, WO 96/029397, y WO 98/012307. Las celulasas incluyen Celluzyme^{MR}, Carezyme^{MR}, Endolasa^{MR}, Renozyme^{MR} (Novozymes A/S), Clazinasas^{MR} y Puradax HA^{MR} (Genencor International Inc.), y KAC-500(B)^{MR} (Kao Corporation).

Las peroxidadas/oxidadas adecuadas incluyen aquellas de origen vegetal, bacteriano o fúngico. Se incluyen mutantes modificados por vía química o por ingeniería de proteínas. Los ejemplos de peroxidadas útiles incluyen peroxidadas de Coprinus, por ejemplo de C. cinereus, y variantes del mismo como las descritas en los documentos WO 93/24618, WO 95/10602, y WO 98/15257. Las peroxidadas incluyen Guardzyme^{MR} y Novozym^{MR} 51004 (Novozymes A/S).

En los documentos WO2009/087524, WO2009/090576, WO2009/148983 y WO2008/007318 se divulgan otras enzimas adecuadas.

Estabilizantes de enzimas

Puede estabilizarse cualquier enzima presente en la composición, usando agentes estabilizantes convencionales, por ejemplo un poliol tal como propilen glicol o glicerol, un azúcar o alcohol de azúcar, ácido láctico, ácido bórico, o un derivado de ácido bórico, por ejemplo un borato éster aromático, o un derivado de ácido fenil borónico tal como ácido 4-formilfenil borónico, y la composición puede ser formulada como se describe por ejemplo en los documentos WO 92/19709 y WO 92/19708.

En las partículas de detergente pueden estar presentes secuestrantes.

La invención será descrita en más detalle haciendo referencia a los siguientes ejemplos que no son limitantes.

Ejemplos

Ejemplo 1: (manufactura de la partícula)

Se creó un color de partícula de detergente cubierta, que contenía violeta ácido 50 en el núcleo.

Las partículas eran elipsoides con los polos achatados, que tenían las siguientes dimensiones x= 1.1 mm y= 4.0 mm z= 5.0 mm. Las partículas pesaron ~0,013g cada una. Al ojo, la partícula parecía un violeta vistoso.

Preparación del núcleo

5 Se mezclaron completamente 1.962,5 g de mezcla seca de tensioactivo molido (LAS/NI 85/15 en peso) con 37,38 g de aceite de perfume y 0,124 g de pigmento violeta ácido 50. Se sometió entonces la mezcla a extrusión usando un extrusor de doble tornillo ThermoFisher 24HC, operado a una rata de 8kg/hr. Se ajustó la temperatura de entrada del extrusor a 20°C, aumentando a 40°C justo antes de la placa de dado. La placa de dado usada estaba perforada con 6 orificios circulares con un diámetro de 5mm.

Se cortó el producto extrudido después de la placa de dado, usando un cortador de alta velocidad ajustado para producir partículas con un espesor de ~1.1 mm.

Cobertura de la partícula

10 Se cargaron 764 g de los productos extrudidos anteriores a la cámara de fluidización de un secador de lecho fluido de laboratorio Strea 1 (Aeromatic-Fielder AG) y se recubrieron por atomización usando 1.069 g de una solución que contenía 320,7 g de carbonato de sodio en 748,3 g de agua, usando una configuración de atomización desde arriba.

15 Se alimentó la solución de cobertura a la boquilla de atomización del Strea 1 mediante una bomba peristáltica (Watson-Marlow modelo 101U/R) a una rata inicial de 3,3 g/min, aumentando a 9,1 g/min durante el curso del ensayo de cobertura.

El aparato de cobertura de lecho fluido fue operado con una temperatura inicial de entrada de aire de 55°C aumentando hasta 90°C en el curso del ensayo de cobertura, mientras se mantenía la temperatura de salida en el intervalo de 45-50°C durante el proceso de cobertura.

20 **Ejemplo 2: (color de partícula de detergente cubierta)**

Se midió el color de las partículas del ejemplo 1, usando un reflectómetro (excluyendo UV) y se expresó como el valor CIE L*a*b*. Abajo se muestran los resultados

	L*	a*	b*
Partícula: pigmento en el núcleo	76,2	2,9	-7,9
L* es la luminosidad, a medida que el objeto se torna coloreado, L*cae			
a* es el eje rojo-verde con valores +ve indicando un color rojo y -ve un color verde			
b* es el eje amarillo-azul con valores +ve indicando un color amarillo y -ve un color azul			

Claramente, la partícula es violeta con un valor b*negativo.

25 **Ejemplo 3: (color del licor)**

Se disolvieron 2,25 g de la partícula del ejemplo en 100 ml de agua desmineralizada. Se sometieron a centrifugación las soluciones por 15 minutos a 11.000 rpm y se midió el color del líquido en un espectrómetro de absorción UV-VIS. El líquido parecía violeta a la vista.

30 El espectro UV-VIS dio el espectro de violeta ácido 50 para ambas soluciones, con un máximo de absorción en 570 nm. Abajo en la tabla se dan las densidades ópticas.

	Densidad óptica (5cm) a 570 nm
Partícula: pigmento en el núcleo	0,175
Ambas partículas entregan de manera efectiva violeta ácido 50 a la solución.	

REIVINDICACIONES

1. Una composición empacada de detergente en partículas, contenida en un empaque, donde el empaque comprende por lo menos una porción transparente y la composición comprende más de 50 % en peso de tensioactivo detergente y por lo menos 70 % en número de las partículas comprende
- 5 (i) un núcleo que comprende principalmente tensioactivo y de 0,0001 a 0,1 % de pigmento, preferiblemente 0,001 a 0,01 % de pigmento, donde el pigmento es seleccionado de pigmentos aniónicos y pigmentos no iónicos; y
- (ii) una cobertura, que comprende sal inorgánica soluble en agua depositada mediante cristalización desde una solución acuosa, donde las partículas tienen sustancialmente la misma forma y tamaño una de otra, **caracterizada porque** cada partícula tiene dimensiones particulares x, y y z, en las que x es de 0,2 a 2 mm, y es de 2,5 a 8mm
- 10 (preferiblemente 3 a 8 mm), y z es de 2,5 a 8 mm (preferiblemente 3 a 8 mm).
2. Una composición empacada de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, en la que la por lo menos una porción transparente tiene una transmisión mayor a 25 %, más preferiblemente de más de 30 %, más preferiblemente de más de 40 %, más preferiblemente de más de 50 %, en la parte visible del espectro.
3. Una composición empacada de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, en la que la por lo menos una
- 15 porción transparente comprende una apertura en una porción opaca.
4. Una composición empacada de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, en la que la por lo menos una porción transparente comprende la totalidad del empaque, la cual puede incluir una o más etiquetas opacas.
5. Una composición empacada de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, en la que el pigmento es seleccionado de aquellos que tienen: cromóforos de antraquinona; mono-azo; bis-azo; xanteno; ftalocianina; y, fenazina.
- 20
6. Una composición empacada de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, en la que el pigmento es seleccionado de aquellos que tienen: cromóforos de antraquinona y mono-azo.
7. Una composición empacada de acuerdo con cualquier reivindicación precedente en la cual el porcentaje en número de la composición empacada de partículas que comprende el núcleo y cobertura es por lo menos 85 %.
- 25
8. Una composición empacada de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, en la que el pigmento es seleccionado de pigmentos ácidos; pigmentos dispersos y pigmentos alcoxilados.
9. Una composición empacada de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, en la cual la cobertura comprende carbonato de sodio.
10. Una composición empacada de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, en la cual las partículas
- 30 cubiertas son esféricas con polos achatados, con diámetro de 3 a 6 mm y espesor de 1 a 2 mm.
11. Una composición empacada de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, en la cual una porción mayoritaria en número de las partículas en la composición tiene colores diferentes al blanco.
12. Una composición empacada de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, en la cual el empaque es resellable.
- 35
13. Una composición empacada, de acuerdo con la reivindicación 12, en la cual el empaque es resellable por medio de una tapa de rosca, la cual sirve también como una medición de dosificación.
14. Una composición empacada de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, la cual es una composición de detergente para la colada.