



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 289 353**

51 Int. Cl.:
C11D 11/04 (2006.01)
C11D 11/02 (2006.01)
C11D 17/06 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **03794178 .8**
86 Fecha de presentación : **02.09.2003**
87 Número de publicación de la solicitud: **1534812**
87 Fecha de publicación de la solicitud: **01.06.2005**

54 Título: **Partículas detergentes.**

30 Prioridad: **06.09.2002 JP 2002-261686**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
01.02.2008

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
01.02.2008

73 Titular/es: **KAO CORPORATION**
14-10, Nihonbashi Kayaba-cho 1-chome
Chuo-ku, Tokyo 103-8210, JP

72 Inventor/es: **Imaizumi, Yoshinobu;**
Yamashita, Hiroyuki y
Kubota, Teruo

74 Agente: **Arias Sanz, Juan**

ES 2 289 353 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Partículas detergentes.

5 **Campo técnico**

La presente invención se refiere a partículas detergentes, a un procedimiento para la preparación de las partículas detergentes, a partículas de base y a una composición detergente que comprende las partículas detergentes. Más específicamente, la presente invención se refiere a partículas detergentes usadas para lavar objetos de lavandería y similares, a un procedimiento para la preparación de las partículas detergentes, a partículas de base y a una composición detergente que comprende las partículas detergentes.

Técnica anterior

Se han preparado muchos detergentes que comprenden un tensioactivo aniónico como un componente principal tal como un alquilbencenosulfonato, desde los puntos de vista de las ventajas económicas, propiedades de espumado y similares. Como un procedimiento para la preparación de las partículas detergentes como se han mencionado anteriormente, se ha empleado un procedimiento en el que se neutraliza en seco *in situ* un precursor ácido del tensioactivo aniónico anterior con una sustancia inorgánica alcalina sólida soluble en agua, tal como carbonato de sodio, en lugar de añadir directamente el tensioactivo.

Por ejemplo, se han descrito un procedimiento de producción de una composición detergente que comprende las etapas de neutralizar en seco componentes en un mezclador de alta velocidad y/o granulador a una temperatura de 55°C o menos y añadir después de ello un aglutinante líquido a los mismos para llevar a cabo la granulación (solicitud de patente japonesa abierta a consulta por el público n° Hei 3-33199), un procedimiento de producción de una composición detergente que comprende las etapas de neutralizar en seco componentes en un mezclador de alta velocidad y/o granulador a una temperatura de 55° C o superior y después añadir un aglutinante líquido a los mismos para llevar a cabo la granulación (véase la solicitud de patente japonesa abierta a consulta por el público n° Hei 4-363398) y un procedimiento de producción de una composición detergente que comprende neutralizar en seco componentes en un mezclador de alta velocidad de tipo continuo y después aumentar la densidad aparente con un mezclador de velocidad moderada y a continuación enfriar y/o secar el producto para formar gránulos (véase la solicitud de patente japonesa abierta a consulta por el público n° Hei 3-146599).

No obstante, cuando la partícula detergente se produce mediante estos procedimientos, con el fin de evitar que la partícula se agregue y/o se haga vasta debido a la propiedad adhesiva del tensioactivo aniónico producida por la neutralización, es necesario mantener su forma granular accionando el mecanismo de agitación para el mezclado y el mecanismo de corte para la desintegración y/o dispersión a altas velocidades. En este caso, la partícula detergente que tiene un tamaño de partícula pequeño deseado se puede preparar optimizando las condiciones de agitación y/o corte. No obstante, sería difícil obtener de forma eficiente la partícula detergente y la distribución del tamaño de la partícula resultante se haría más ancha.

Como un procedimiento para eliminar estos problemas, un procedimiento para la preparación de una partícula detergente que tiene un tamaño de partícula pequeño con un alto rendimiento en el que la propiedad adhesiva del tensioactivo aniónico se puede suprimir conteniendo un ácido inorgánico en el precursor ácido y se puede incrementar el contenido del tensioactivo aniónico (véase el documento WO 98/10052). No obstante, han seguido manteniéndose los problemas de desintegrar el agregado mediante agitación y/o corte y hacer más pequeño el tamaño de partícula, de forma que existe aún mucho camino para mejora y la obtención de una distribución del tamaño de partícula más estrecha.

El documento EP 0 969 082 A1 se refiere a partículas detergentes que tienen un tamaño medio de 150 a 500 μm y una densidad relativa de 500 g/l o superior, en las que las partículas detergentes comprenden una partícula detergente capaz de liberar una burbuja desde una porción interna de la partícula detergente en un procedimiento de disolución de la partícula detergente en agua. La partícula detergente es una partícula que comprende un tensioactivo, un adyuvante de la detergencia y similares y las partículas detergentes significan un colectivo de las mismas.

El documento US 5.527.489 se refiere a un procedimiento para la preparación de un producto detergente granular de alta densidad neutralizando en seco ácido alquilbencenosulfónico con una mezcla particulada de un material alcalino inorgánico soluble en agua, por ejemplo, carbonato de sodio, y un adyuvante de la detergencia inorgánico hidratable para detergente en un aparato que proporciona tanto mezclado como cizalladura de la mezcla particulada formando con ello el producto detergente granular.

Como se ha mencionado anteriormente, el procedimiento según la neutralización en seco es adecuado para preparar de forma conveniente partículas detergentes que comprenden un tensioactivo aniónico como un componente principal. En el procedimiento convencional, el procedimiento se lleva a cabo básicamente granulado materias primas con desintegración, dificultando con ello la obtención de forma eficiente de partículas detergentes que tengan una distribución del tamaño de partícula estrecha en un intervalo de tamaño de partícula relativamente pequeño.

ES 2 289 353 T3

Además, respecto a la solubilidad, según el procedimiento convencional como se ha descrito anteriormente, las partículas detergentes comprenden partículas no huecas que tienen una estructura en la que las partículas sólidas están conectadas por una gran capa continua del tensioactivo aniónico. Por lo tanto, no sería fácil mejorar la solubilidad.

5 El hecho de tener una distribución del tamaño de partícula estrecha en el detergente tiene la ventaja no sólo de dar un aspecto externo excelente, sino también de mejorar su fluidez. También se puede usar un detergente que comprenda un tensioactivo aniónico como un componente principal para el lavado a mano en muchos casos, de forma que se mejora la comodidad para el usuario al aumentar la solubilidad. Por lo tanto, se han deseado una distribución del tamaño de partícula más estrecha y solubilidad más mejorada en partículas detergentes que comprenden un tensioactivo aniónico como un componente principal obtenidas mediante neutralización en seco.

15 Es un objeto de la presente invención proporcionar partículas detergentes que tengan excelente estabilidad al almacenamiento, solubilidad y distribución del tamaño de partícula estrecha, un procedimiento para la preparación de partículas detergentes, partículas de base y una composición detergente que comprenda las partículas detergentes.

Estos y otros objetos de la presente invención se harán evidentes a partir de la siguiente descripción.

Descripción de la invención

20 De acuerdo con lo anterior, se proporcionan:

[1] partículas detergentes obtenidas mediante un procedimiento que comprende la etapa de neutralizar en seco partículas de base que comprenden una sustancia inorgánica alcalina sólida soluble en agua (A) con un precursor ácido líquido (B) de un tensioactivo aniónico no jabonoso, en el que las partículas de base se han obtenido mediante un procedimiento de secado por pulverización y en el que las partículas de base contienen el componente (A) en una cantidad igual o superior a 4 veces la cantidad equivalente para neutralizar el componente (B) y contienen una zeolita en una cantidad de 10% en peso o menos y tienen un tamaño medio de partícula de 150 a 400 μm .

30 [2] partículas de base que tienen un tamaño medio de partícula de 150 a 400 μm , que comprenden 20 a 80% en peso de una sustancia inorgánica alcalina sólida soluble en agua y una zeolita en una cantidad de 10% en peso o menos;

[3] un procedimiento para la preparación de partículas detergentes que comprende las etapas de:

35 (a): preparar una suspensión que comprende una sustancia inorgánica alcalina sólida soluble en agua (A) en una cantidad igual o superior a 4 veces la cantidad equivalente para neutralizar un precursor ácido líquido (B) de un tensioactivo aniónico no jabonoso que se va a añadir en la etapa (c) y una zeolita en una cantidad de 10% en peso o menos;

40 (b): secar mediante pulverización la suspensión obtenida en la etapa (a) para dar partículas de base; y

(c): mezclar el precursor ácido líquido (B) con las partículas de base obtenidas en la etapa (b) y neutralizar en seco la mezcla resultante; y

45 [4] una composición detergente que comprende las partículas detergentes como se han definido anteriormente en [1].

Breve descripción de los dibujos

50 La figura 1 muestra una imagen de SEM de una sección transversal de la partícula de base obtenida en el ejemplo 1. En la figura 1, las secciones transversales de la porción externa y de la porción superficial y la porción interna de la partícula de base se muestran secuencialmente desde la izquierda. Se puede observar que se forman partículas finas en gran número en la porción interna de la partícula de base.

Mejor modo de llevar a cabo la invención

55 Las partículas detergentes de la presente invención, como se han descrito anteriormente, son partículas detergentes obtenidas mediante un procedimiento que comprende la etapa de neutralizar en seco partículas de base que comprenden una sustancia inorgánica alcalina sólida soluble en agua (A), con un precursor ácido líquido (B) de un tensioactivo aniónico no jabonoso, en el que las partículas de base se han obtenido mediante un procedimiento de secado por pulverización, en el que las partículas de base contienen el componente (A) en una cantidad igual o superior a 4 veces la cantidad equivalente para neutralizar el componente (B) y tienen un tamaño medio de partícula de 150 a 400 μm .

60 En la presente invención, dado que se usan las partículas detergentes anteriores, la sustancia inorgánica sólida soluble en agua está contenida en una forma fina en la partícula de base en una cantidad que excede con creces la cantidad equivalente para la neutralización y el área reactiva se aumenta haciendo el tamaño de partícula de la propia partícula de base más pequeño, de forma que se lleva a cabo la neutralización en seco sobre la superficie de la partícula de base con una velocidad de reacción rápida. Por lo tanto, las partículas detergentes pueden tomar una estructura en la que la partícula de base está recubierta con un tensioactivo aniónico no jabonoso. Por lo tanto, se muestran algunos

efectos de que la distribución del tamaño de partícula de la partícula detergente tiene una distribución de partícula estrecha sobre la base de las partículas de base obtenidas mediante un procedimiento de secado por pulverización y de que el rendimiento de las partículas detergentes se mejora también drásticamente. Además, en lo que respecta a la solubilidad, es menos probable que se forme una gran fase continua debido a la reacción del tensioactivo aniónico no jabonoso con la sustancia inorgánica alcalina fina soluble en agua, y el tensioactivo aniónico se dispersa finamente en un estado pelicular cerca de la superficie. Por lo tanto, el área superficial de disolución es mayor, mostrando por ello un efecto de una excelente solubilidad.

Adicionalmente, dado que las partículas detergentes tienen una estructura en la que la partícula de base está recubierta con el tensioactivo aniónico no jabonoso, se muestran los efectos de que las estabilidades durante el almacenamiento, tal como el desteñido y la propiedad de aglutinación se mejoran drásticamente.

El término “partícula detergente” en la presente invención se refiere a una partícula que comprende una partícula de base, un tensioactivo y similares, y el término “partículas detergentes” significa un agregado de las mismas. También, la composición detergente mencionada más adelante significa una composición que comprende las partículas detergentes y componentes de detergencia añadidos por separado distintos a las partículas detergentes, tales como fluorescentes, enzimas, perfumes, agentes desespumantes, agentes blanqueantes y activadores de blanqueo.

Composición para partículas de base

La “partícula de base” que constituye la partícula detergente contenida en las partículas detergentes de la presente invención comprende el componente (A), que se usa para la neutralización en seco con el componente (B), y la partícula de base es una partícula obtenida mediante un procedimiento de secado por pulverización. Un agregado de las mismas se denomina “partículas de base”.

1. Componente (A): sustancia inorgánica alcalina sólida soluble en agua

El término “sustancia inorgánica alcalina sólida soluble en agua” del componente (A) se refiere a una sustancia inorgánica alcalina que es sólida a una temperatura ambiente y se prefiere una que se pueda disolver en agua en una cantidad de 1 g o más en 100 g de agua a 20°C. La sustancia inorgánica alcalina sólida soluble en agua no está limitada en particular y se pueden usar sales de metales alcalinos, silicatos y similares que tengan un grupo hidroxilo, grupo carbonato o grupo hidrógenocarbonato. La sustancia inorgánica alcalina sólida soluble en agua incluye, por ejemplo, hidróxido de sodio, carbonato de sodio, hidrógenocarbonato de sodio, carbonato de potasio, silicato de sodio y similares. Entre ellos es preferible el carbonato de sodio como un agente alcalinizante que muestra un intervalo de pH de tamponamiento adecuado en un líquido de lavado. Así, la formulación de hidróxido de sodio también es eficaz desde el punto de vista de la velocidad de reacción durante la neutralización en seco.

En la presente invención, es preferible que el componente (A) exista en un estado tan fino como sea posible en las partículas de base. Por ejemplo, el tamaño del componente (A) es tal que su tamaño medio de partícula es preferiblemente de 0,1 a 50 μm . El estado de esta partícula se puede confirmar mediante observación directa con el SEM.

En la presente invención, cuando se preparan partículas detergentes usando las partículas de base que comprenden partículas finas del componente (A), se puede llevar a cabo la neutralización en seco sin aplicar alta potencia de corte tal como se requiere habitualmente cuando las partículas de base anteriores se mezclan con un precursor ácido líquido (B) de un tensioactivo aniónico no jabonoso, de forma que la partícula de base sufre poca desintegración, por lo que la partícula detergente resultante tiene poco cambio en el crecimiento de partícula de la partícula de base. Por lo tanto, las distribuciones de tamaño de partícula de las partículas de base y de las partículas detergentes se hacen estrechas. De acuerdo con esto, existe una ventaja en el hecho de que se puede obtener fácilmente una partícula detergente que tiene una densidad relativa baja, excelente estabilidad al almacenamiento y solubilidad y distribución del tamaño de partícula estrecha.

En lo que respecta a la cantidad del componente (A), además de la cantidad necesaria desde el punto de vista del rendimiento de detergencia, se debe formular una cantidad necesaria para la neutralización en seco del componente (A) con el precursor líquido ácido (B) de un tensioactivo aniónico no jabonoso que se va a mezclar en la etapa (c). Además es necesario que la reacción del componente (A) con el componente (B) se acelere sobre la superficie de la partícula detergente. Por lo tanto, es necesario que la cantidad del componente (A) sea 4 veces o más, preferiblemente 6 veces o más que la cantidad equivalente para neutralizar el componente (B). Concretamente, la cantidad del componente (A) es preferiblemente de 20 a 80% en peso, más preferiblemente de 25 a 70% en peso, aún más preferiblemente de 30 a 60% en peso de las partículas de base, desde los puntos de vista de la velocidad de reacción y del grado de libertad en la formulación.

Además, la cantidad del componente (A) es preferiblemente 10% en peso o más, más preferiblemente 15% en peso o más de las partículas detergentes desde el punto de vista del rendimiento de detergencia. Por otro lado, la cantidad del componente (A) es al menos la cantidad equivalente para la neutralización del precursor líquido ácido (B) desde el punto de vista de la neutralización en seco. Por lo tanto, la cantidad de formulación es preferiblemente igual o superior que la suma de estos dos valores.

ES 2 289 353 T3

Un componente esencial para las partículas de base en la presente invención es únicamente la sustancia inorgánica alcalina sólida soluble en agua (A) y se pueden formular opcionalmente de forma simultánea otros componentes usados normalmente en las partículas detergentes en las partículas de base en cantidades adecuadas, desde el punto de vista del rendimiento de turgencia, la distribución del tamaño de las partículas y la resistencia de la partícula. Los otros componentes incluyen un agente quelante, una sal inorgánica soluble en agua, un polímero (soluble en agua), un tensioactivo, un excipiente insoluble en agua, otros componentes auxiliares y similares. Entre ellos, es preferible que se formulen el agente quelante, la sal inorgánica soluble en agua, el polímero (soluble en agua) y el tensioactivo, A continuación en el presente documento se dan ejemplos de estos componentes.

2. *Agente quelante*

El agente quelante se puede formular en las partículas de base con el fin de suprimir la inhibición de la acción detergente por parte de iones metálicos y ejemplos de los mismos son agentes quelantes solubles en agua y agentes quelantes insolubles en agua.

En lo que respecta a la cantidad del agente quelante, se desea que la cantidad del agente quelante formulada en la partícula de base se ajuste de forma que el contenido de agente quelante es preferiblemente 3 a 60% en peso, más preferiblemente de 5 a 40% en peso de las partículas detergentes, aún más preferiblemente de 10 a 40% en peso de las partículas detergentes desde el punto de vista de la capacidad de captura de iones. Se puede formular simultáneamente una pluralidad de agentes quelantes, en cuyo caso se desea que su contenido total sea como se ha especificado anteriormente.

El agente quelante soluble en agua no está particularmente limitado siempre que el agente quelante soluble en agua sea una sustancia que tenga una capacidad de captura de iones metálicos y se pueden usar tiopolifosfato, ortofosfato, pirofosfato y similares. Entre ellos es preferible tiopolifosfato, y su contenido es preferiblemente 60% en peso o más, más preferiblemente 70% en peso o más, aún más preferiblemente 80% en peso o más de todos los agentes quelantes solubles en agua. También, como el contraión es preferible un ión metálico alcalino, y especialmente el ión sodio y/o ión potasio.

El agente quelante insoluble en agua se puede añadir a las partículas de base con el fin de mejorar la capacidad de captura de iones metálicos y potenciar la resistencia de la partícula de base. Son preferibles aquellos que tienen un tamaño medio de partícula de 0,1 a 20 μm desde el punto de vista de la capacidad de suspensión en agua. Los materiales de base preferibles incluyen aluminosilicatos cristalinos, incluyendo, por ejemplo, zeolita de tipo A, zeolita de tipo P, zeolita de tipo X y similares. Es preferible la zeolita de tipo A desde los puntos de vista de la capacidad de captura de iones metálicos y las ventajas económicas.

En lo que respecta a la cantidad de zeolita formulada, cuando la zeolita se formula en una gran cantidad, existe la posibilidad de que la zeolita se descomponga durante la reacción de neutralización en seco. Por lo tanto, la cantidad de zeolita se controla hasta el 10% en peso o menos de las partículas de base. También para el propósito de suprimir la descomposición, la cantidad de zeolita formulada se puede aumentar usando la zeolita junto con un agente alcalinizante soluble en agua que tenga alta solubilidad y alta fuerza alcalina, tal como hidróxido de sodio.

3. *Sal inorgánica soluble en agua*

Es preferible que la sal inorgánica soluble en agua se formule en las partículas de base con el fin de potenciar la fuerza iónica del líquido de lavado y mejorar los efectos de detergencia de manchas de grasa y similares. La sal inorgánica soluble en agua no está particularmente limitada siempre que la sal inorgánica soluble en agua sea una sustancia que tenga una solubilidad excelente y no empeore el efecto de la detergencia. La sal inorgánica soluble en agua incluye, por ejemplo, una sal de metal alcalino o sal de amonio que tiene grupos sulfato o sulfito, y similares. Entre ellos, es preferible que se use como un excipiente sulfato de sodio, cloruro de sodio, sulfito de sodio o sulfato potásico que tienen un alto grado de disociación iónica. También, su uso combinado con sulfato magnésico es eficaz desde el punto de vista de la mejora de la velocidad de disolución.

La cantidad de la sal inorgánica soluble en agua es preferiblemente de 5 a 80% en peso, más preferiblemente de 10 a 70% en peso, aún más preferiblemente de 20 a 60% en peso de las partículas de base, desde el punto de vista de la fuerza iónica.

4. *Polímero (soluble en agua)*

El polímero soluble en agua puede añadirse a las partículas de base para los propósitos de potenciar la resistencia de la partícula ajustando la precipitación de cristales y la formación de película sobre las partículas de base. El polímero soluble en agua incluye polímeros orgánicos y polímeros inorgánicos. Por ejemplo, el polímero orgánico incluye polímeros de carboxilato, carboximetil celulosa, almidones solubles, sacáridos, polietilenglicol y similares y el polímero inorgánico incluye silicatos amorfos y similares. Entre ellos son preferibles los polímeros de carboxilato, entre los cuales son especialmente preferibles una sal de copolímero de ácido acrílico-ácido maleico y un poliácrilato (contraiones: Na, K, NH_4 y similares). Son preferibles aquellos polímeros de carboxilato que tienen un peso molecular de 1000 a 8000, y son más preferibles aquellos que tienen un peso molecular de 2000 o más y 10 o más grupos

ES 2 289 353 T3

carboxilato. La cantidad del polímero orgánico es preferiblemente de 0,1 a 10% en peso, más preferiblemente de 0,5 a 5% en peso de las partículas de base.

Además, es preferible que el polímero orgánico se use junto con el polímero inorgánico tal como silicatos amorfos, desde el punto de vista de potenciar la resistencia de la partícula, especialmente es preferible silicato de sodio N° 2. La cantidad del polímero inorgánico es preferiblemente 15% en peso o menos, más preferiblemente 10% en peso o menos, aún más preferiblemente 5% en peso o menos de las partículas de base, desde el punto de vista de la solubilidad.

5. *Tensioactivo*

El tensioactivo se puede añadir para el propósito de controlar la densidad aparente. Por ejemplo se puede usar un alquilbencenosulfonato de sodio lineal, un alquilsulfonato de sodio, étersulfonato de sodio, paratoluenosulfonato de sodio, xilenosulfonato de sodio, cumenosulfonato de sodio o similares. Especialmente es preferible el alquilbencenosulfonato de sodio lineal desde el punto de vista de las ventajas económicas.

La cantidad del tensioactivo es preferiblemente 0,05% en peso o más, más preferiblemente 0,1% en peso o más de las partículas de base, desde el punto de vista del control de la densidad relativa. Por otro lado, la cantidad del tensioactivo es preferiblemente 10% en peso o menos, más preferiblemente 5% en peso o menos desde el punto de vista de la solubilidad.

Además, estos tensioactivos se pueden añadir en forma de ácidos líquidos, no neutralizados. En este caso, es preferible que se añada el agente alcalinizante en una cantidad igual o superior a la cantidad equivalente para neutralizar el ácido líquido, y es especialmente preferible la adición de hidróxido de sodio.

6. *Excipiente insoluble en agua*

El excipiente insoluble en agua no está particularmente limitado siempre que el excipiente insoluble en agua tenga excelente dispersibilidad en agua y no aporte efectos que empeoren la detergencia. El excipiente insoluble en agua incluye, por ejemplo, aluminosilicatos cristalinos o amorfos, dióxido de silicio, compuesto de ácido silícico hidratado, compuestos de arcillas tales como perlita y bentonita y similares. Es preferible que el excipiente insoluble en agua tenga un tamaño medio de partícula primario de 0,1 a 20 μm , desde el punto de vista de la dispersibilidad en agua.

La cantidad del excipiente insoluble en agua es preferiblemente 50% en peso o menos, más preferiblemente 30% en peso o menos de las partículas de base, desde los puntos de vista de las ventajas económicas y la dispersibilidad.

7. *Otros compuestos auxiliares*

Se pueden formular en las partículas un fluorescedor, un pigmento, un tinte o similares.

8. *Combinación preferible*

Entre las composiciones mencionadas anteriormente, es preferible que se usen carbonato de sodio/sulfato de sodio/poliacrilato de sodio en combinación y es más preferible que se usen en combinación carbonato de sodio/sulfato de sodio/poliacrilato de sodio/tripolifosfato de sodio, desde el punto de vista de la precipitación de una cantidad mayor de cristales finos, potenciando con ello la resistencia de la partícula.

Además, cuando se preparan partículas de base que tengan una densidad relativa menor, es preferible añadir un tensioactivo además de la combinación mencionada anteriormente.

Las partículas de base usadas en la presente invención se pueden obtener mediante secado por pulverización de una suspensión preparada añadiendo los componentes anteriores con mezclado. El contenido en agua de la suspensión y las condiciones del secado por pulverización no están particularmente limitados.

Partículas detergentes

La "partícula detergente" contenida en las partículas detergentes de la presente invención se refiere a una partícula obtenida neutralizando en seco una partícula de base que contiene una sustancia inorgánica alcalina sólida soluble en agua (A) con un precursor ácido líquido (B) de un tensioactivo aniónico no jabonoso, y un agregado de las mismas se denomina "partículas detergentes".

1. *Partículas de base*

La cantidad de partículas de base en las partículas detergentes no está particularmente limitada. La cantidad de las partículas de base es preferiblemente 40% en peso o más, más preferiblemente 50% en peso o más, aún más preferiblemente 60% en peso o más de las partículas detergentes, desde los puntos de vista del mantenimiento de la distribución del tamaño de partícula y la mejora de la solubilidad. Por otro lado, la cantidad de las partículas de base es preferiblemente 85% en peso o menos, más preferiblemente 75% en peso o menos de las partículas de detergente, desde el punto de vista del grado de libertad en la formulación.

ES 2 289 353 T3

2. Componente (B): precursor ácido líquido de tensioactivo aniónico no jabonoso

El componente (B) de las partículas detergentes se formula como el precursor ácido líquido de un tensioactivo aniónico no jabonoso del que una parte o todo el componente (B) reacciona con el componente (A) en las partículas de base.

El precursor ácido líquido de tensioactivo aniónico no jabonoso, que es el componente (B), se refiere a un precursor de tensioactivo aniónico no jabonoso que tiene una forma ácida y es líquido y es capaz de formar una sal mediante la reacción de neutralización. Por lo tanto, el precursor ácido líquido de tensioactivo aniónico no jabonoso no está particularmente limitado siempre que sea un precursor de un tensioactivo aniónico conocido que tenga las características mencionadas anteriormente. El precursor ácido líquido de tensioactivo aniónico no jabonoso incluye un ácido alquilbencenosulfónico lineal (LAS), ácido α -olefinsulfónico (AOS), un ácido alquilsulfúrico (AS), un ácido olefinsulfónico interno, ésteres de ácido graso de ácido sulfónico, un ácido alquiléter sulfúrico, un ácido dialquilsulfosuccínico y similares. El componente (B) como se ha mencionado anteriormente se puede usar como un componente único o mezclado con dos o más componentes. Entre ellos, es preferible el ácido alquilbencenosulfónico lineal (LAS) desde los puntos de vista de las ventajas económicas, estabilidad durante el almacenamiento y propiedad espumante.

La cantidad del componente (B) es preferiblemente 10 partes en peso o más, más preferiblemente 15 partes en peso o más, aún más preferiblemente 20 partes en peso o más, de forma especialmente preferible 25 partes en peso o más, sobre la base de 100 partes en peso de las partículas de base, desde los puntos de vista de la detergencia y la estabilidad durante el almacenamiento. Por otra parte, la cantidad del componente (B) es preferiblemente 80 partes en peso o menos, más preferiblemente 60 partes en peso o menos, aún más preferiblemente 40 partes en peso o menos, sobre la base de 100 partes en peso de las partículas de base, desde los puntos de vista del mantenimiento de la distribución del tamaño de partícula estrecha y la supresión de la pérdida de solubilidad por parte de la fase continua del producto neutralizado del componente (B).

En la presente invención, es preferible que la superficie de la partícula de base esté sustancialmente recubierta con el tensioactivo aniónico no jabonoso, desde el punto de vista de la estabilidad durante el almacenamiento. El área de superficie específica aumenta cuando disminuye la densidad específica, de forma que también aumenta la cantidad preferible del producto neutralizado del componente (B). Si la superficie de la partícula de base no está recubierta con el producto neutralizado del componente (B), existe el riesgo de provocar un bloqueo causado por la sal inorgánica soluble en agua sobre su superficie.

3. Componente (C): adyuvante de fluidización

En las partículas detergentes de la presente invención, la partícula se somete a modificación superficial con un adyuvante de fluidización con el propósito de mejorar adicionalmente la fluidez y la estabilidad durante el almacenamiento de la partícula detergente.

Como adyuvante de fluidización se pueden usar aquellos que se pueden emplear usualmente, y se pueden usar preferiblemente tripolifosfato de sodio, un aluminosilicato cristalino o amorfo, tierra de diatomeas, sílice y similares. Entre ellos, son preferibles tripolifosfato de sodio y zeolita, que tienen cada uno capacidad quelante. Modificando superficialmente la partícula con una sustancia que tenga un agente quelante, el agente quelante actúa desde la etapa inicial de lavado, mejorando con ello el rendimiento de detergencia. La zeolita es más preferible desde el punto de vista de las propiedades de fluidez, y el tripolifosfato de sodio es más preferible desde el punto de vista de la capacidad de aclarado.

Se desea que la partícula que se va a usar como el adyuvante de fluidización tenga un tamaño medio de partícula de una décima o menos del tamaño medio de partícula de las partículas detergentes, desde el punto de vista de la capacidad de recubrimiento.

Además, cuando la cantidad del adyuvante de fluidización es demasiada o demasiado escasa, se reducen las propiedades de fluidez. Por lo tanto, la cantidad del adyuvante de fluidización es preferiblemente de 2 a 20% en peso, más preferiblemente de 5 a 15% en peso de las partículas detergentes.

Cuando la zeolita se usa como el adyuvante de fluidización, es preferible que se lleve a cabo la modificación superficial después de que haya terminado la reacción de neutralización, desde el punto de vista de la supresión de la descomposición.

4. Otros componentes

La partícula detergente de la presente invención puede formularse opcionalmente en cantidades adecuadas de las sustancias enumeradas a continuación.

ES 2 289 353 T3

(1) *Ácido inorgánico*

5 Cuando se mezclan las partículas de base con el precursor ácido líquido (B) de un tensioactivo aniónico no jabonoso, se puede añadir un ácido inorgánico con el fin de reducir la propiedad adhesiva del tensioactivo aniónico no jabonoso producido. Los ácidos inorgánicos que se pueden usar en la presente invención incluyen ácido sulfúrico y ácido fosfórico y un ácido inorgánico más preferible incluye ácido sulfúrico.

10 La cantidad del ácido inorgánico formulado es preferiblemente de 0,3 a 1,0 moles, más preferiblemente de 0,3 a 0,8 moles, aún más preferiblemente de 0,35 a 0,7 moles por mol del componente (B).

(2) *Solución alcalina acuosa*

15 Para el propósito de acelerar la reacción de neutralización en seco, se puede añadir una solución alcalina acuosa a las partículas de base como un iniciador de la reacción. La cantidad de la solución alcalina acuosa añadida es preferiblemente de 0,05 a 0,5 veces la cantidad equivalente para neutralizar el precursor ácido líquido (B) del tensioactivo aniónico no jabonoso, más preferiblemente de 0,10 a 0,45 veces la cantidad equivalente para neutralizar el precursor ácido líquido, de forma especialmente preferible, de 0,15 a 0,40 veces la cantidad equivalente para neutralizar el precursor ácido líquido. La cantidad de la solución alcalina acuosa es preferiblemente 0,05 veces o más la cantidad equivalente para neutralizar el precursor ácido líquido, desde el punto de vista de iniciar la reacción de neutralización para dar efectos deseados y es preferiblemente 0,5 veces o menos la cantidad equivalente para neutralizar el precursor ácido líquido, desde el punto de vista de suprimir la agregación de la partícula detergente. La concentración de la solución alcalina acuosa no está particularmente limitada. Con el fin de suprimir la disolución de las partículas de base, la concentración de la solución alcalina acuosa es preferiblemente 20 a 50% en peso, más preferiblemente de 30 a 50% en peso, aún más preferiblemente de 40 a 50% en peso.

25 El tipo de la solución alcalina acuosa no está particularmente limitado. La solución alcalina acuosa incluye, por ejemplo, soluciones fuertemente alcalinas acuosas que provocan fácilmente reacciones de neutralización con el precursor ácido líquido (B) de un tensioactivo aniónico no jabonoso, tal como una solución acuosa de hidróxido de sodio y una solución acuosa de hidróxido potásico. Entre ellas, se prefiere la solución acuosa de hidróxido de sodio desde el punto de vista de las ventajas económicas. Además, es más preferible que la solución alcalina acuosa tenga un pH de 12 o más.

(3) *Sustancia inorgánica alcalina sólida soluble en agua (A)*

35 Para el propósito de acelerar la reacción de neutralización en seco, se puede añadir la sustancia inorgánica alcalina sólida soluble en agua (A) anteriormente mencionada en estado sólido como un iniciador de la reacción. Es preferible que el componente (A) se añada como un polvo que es tan fino como sea posible desde el punto de vista de la reactividad, y es más preferible que el componente (A) se use junto con la solución alcalina acuosa.

40 La cantidad del componente (A) es igual o menor que la cantidad equivalente para neutralizar el tensioactivo aniónico no jabonoso, desde los puntos de vista de suprimir la inhibición de la reacción con las partículas de base y mantener la distribución del tamaño de partícula.

(4) *Tensioactivo*

45 Se puede añadir un tensioactivo que sea líquido a temperatura ambiente desde el punto de vista de la mejora de la detergencia, dentro del intervalo de forma que no se afecten las propiedades de la estabilidad durante el almacenamiento y la fluidez y no aumente la densidad aparente que sea igual o mayor que el nivel deseado. El tensioactivo incluye, por ejemplo, tensioactivos no iónicos, tales como éteres alquílicos (8 a 20 átomos de carbono) de polioxialquileno, alquilpoliglicósidos, éteres alquil (8 a 20 átomos de carbono) fenílicos de polioxialquileno, ésteres de ácidos grasos (de 8 a 22 átomos de carbono) de polioxialquilsorbitán, ésteres de ácidos grasos (de 8 a 22 átomos de carbono) de polioxialquilenglicol, polímeros de bloque de polioxietileno polioxipropileno y similares.

55 Además, el tensioactivo que es líquido a temperatura ambiente tiene un efecto de disminución de la viscosidad del tensioactivo aniónico no jabonoso, acelerando con ello la penetración del tensioactivo en la partícula de base. Cuando se añade el tensioactivo, la partícula detergente tiene un crecimiento de partícula controlado y un rendimiento de granulación mejorado.

60 La cantidad del tensioactivo que es líquido a temperatura ambiente es preferiblemente 10% en peso o menos, más preferiblemente 5% en peso o menos, aún más preferiblemente 3% en peso o menos, de las partículas detergentes, desde el punto de vista de la supresión de la descomposición y la propiedad de espumado. Por otro lado, la cantidad del tensioactivo es preferiblemente 1% en peso o más, más preferiblemente 2% en peso o más desde el punto de vista de la aceleración de la penetración.

(5) *Agua*

65 Se puede añadir agua a la partícula detergente con el propósito de disminuir la viscosidad del tensioactivo aniónico no jabonoso, acelerando con ello la penetración del tensioactivo en la partícula de base. La cantidad de agua es

ES 2 289 353 T3

preferiblemente 1% en peso o más, más preferiblemente 2% en peso o más de las partículas detergentes, desde el punto de vista de la aceleración de la penetración. La cantidad de agua es preferiblemente 5% en peso o menos, más preferiblemente 3% en peso o menos de las partículas detergentes, desde el punto de vista de la supresión de la granulación excesiva.

5

También se puede usar esta agua como agua para disolver la sal inorgánica anterior y el tensioactivo.

La cantidad del tensioactivo que es líquido a temperatura ambiente es preferiblemente 10% en peso o menos, más preferiblemente 5% en peso o menos, aún más preferiblemente 3% en peso o menos de las partículas detergentes, desde los puntos de vista de la supresión de la descomposición y la propiedad de espumado.

10

Composición detergente

La composición detergente de la presente invención comprende separadamente componentes distintos a las partículas detergentes (por ejemplo, fluorescentes, enzimas, perfumes, agentes desespumantes, agentes blanqueantes, activadores de blanqueo y similares). En este caso, es preferible que la composición detergente comprenda las partículas detergentes según la presente invención en una cantidad de preferiblemente 50% en peso o más, más preferiblemente 60% en peso o más aún más preferiblemente 80% en peso o más. Puesto que la composición detergente tiene la constitución anterior, se puede proporcionar una composición detergente que tiene una excelente estabilidad durante el almacenamiento, solubilidad y distribución del tamaño de partícula estrecha.

15

20

Procedimiento de preparación de partículas detergentes

El procedimiento para la preparación de partículas detergentes de la presente invención se caracteriza porque el procedimiento comprende las etapas de:

25

(a) preparar una suspensión que comprende una sustancia alcalina sólida soluble en agua (A) en una cantidad igual o superior a 4 veces la cantidad equivalente para neutralizar un precursor ácido líquido (B) de un tensioactivo aniónico no jabonoso (B) que se va a añadir en la etapa (c); y

30

(b) secar por pulverización la suspensión obtenida en la etapa (a) para dar partículas de base;

(c) mezclar el precursor ácido líquido (B) con las partículas de base obtenidas en la etapa (b) y neutralizar en seco la mezcla resultante.

35

Dado que el procedimiento para la preparación de partículas detergentes de la presente invención comprende las etapas anteriores (a) a (c), existe la ventaja de que se pueden obtener de forma eficaz partículas detergentes que tienen una distribución del tamaño de partícula estrecha en un intervalo de tamaño de partícula relativamente pequeño.

40

Las etapas (a) a (c) se describirán con detalle a continuación.

1. Etapa (a)

En la etapa (a), es importante que se formule la sustancia inorgánica alcalina sólida soluble en agua (A) de forma que la sustancia inorgánica se haga finalmente más fina en las partículas de base, desde los puntos de vista de incrementar la velocidad de reacción y potenciar la resistencia de la partícula. El procedimiento para hacer más fina la sustancia inorgánica alcalina sólida soluble en agua (A) incluye los siguientes procedimientos.

45

(1) Formulación como componente disuelto

50

La sustancia inorgánica alcalina sólida soluble en agua (A) existe en la suspensión en estado disuelto. En este caso, la sustancia inorgánica se forma en partículas finas como el componente (A) solo o una sal compleja con otros componentes durante el secado por pulverización.

55

(2) Precipitación de cristales en la suspensión

La sustancia inorgánica alcalina sólida soluble en agua (A) disuelta se precipita controlando la solubilidad del componente (A). El cristal precipitado puede consistir únicamente en el componente (A) o formar una sal compleja con otro componente. En este caso, es preferible que se controle la solubilidad añadiendo otro componente soluble en agua con el fin de producir cristales finos. Además, la adición del polímero también es eficaz como un agente de control de los cristales con el fin de impedir que el cristal se haga más grande.

60

(3) Pulverización en suspensión

Los cristales pueden hacerse más finos pulverizando granos gruesos derivados de materias primas, cristales de una sal compleja que ha reaccionado en estado de grano grueso y cristales de sal compleja que han crecido hasta alcanzar un tamaño grande mediante la precipitación con un pulverizador de tipo húmedo, tal como molinos lineales, molinos coloidales y molinos medios.

65

ES 2 289 353 T3

Combinando estos procedimientos (1) a (3), la sustancia inorgánica alcalina sólida soluble en agua se puede formular en las partículas de base en forma de partículas finas. Con el fin de mostrar suficientemente la reactividad en las partículas de base, el tamaño de las partículas finas en los anteriores (2) y (3) es tal que su tamaño medio de partícula en la suspensión es preferiblemente 50 μm o menos, más preferiblemente 30 μm o menos, aún más preferiblemente 20 μm o menos.

Las condiciones para la preparación de la suspensión no están particularmente limitadas siempre que las partículas de base satisfagan la composición descrita anteriormente. Con el fin de mejorar la resistencia de partícula de las partículas de base, se desea emplear un procedimiento de preparación que permita la precipitación de cristales finos en la suspensión en gran cantidad. Los cristales finos mencionados en el presente documento incluyen no sólo el cristal que contiene la sustancia inorgánica alcalina sólida soluble en agua (A), sino también el cristal que no contiene un álcali, tal como el cristal de tripolifosfato de sodio o el cristal de sulfato de sodio.

El contenido en agua de la suspensión es preferiblemente 60% en peso o menos, más preferiblemente 55% en peso o menos, desde el punto de vista de la precipitación de los cristales. Por otro lado, el contenido en agua de la suspensión es preferiblemente 40% en peso o más, más preferiblemente 45% en peso o más, desde el punto de vista del fácil manejo.

La temperatura de preparación de la suspensión es preferiblemente 30°C o superior, más preferiblemente 40°C o superior, desde el punto de vista de la solubilidad. Por otro lado, la temperatura de preparación de la suspensión es preferiblemente 80°C o menos, más preferiblemente 70°C o menos, desde el punto de vista de la estabilidad térmica.

Además, el orden de la adición de cada uno de los componentes durante la preparación de la suspensión afecta en gran medida la precipitación de los cristales. El orden de la formulación para la composición preferible mencionada anteriormente es, por ejemplo, el orden de formulación mencionado a continuación.

Tripolifosfato de sodio → sulfato de sodio → poliacrilato de sodio → carbonato de sodio

Sulfato de sodio → tripolifosfato de sodio → poliacrilato de sodio → carbonato de sodio

Tripolifosfato de sodio → carbonato de sodio → poliacrilato de sodio → sulfato de sodio

Independientemente de lo anterior, se pueden precipitar los cristales finos en gran cantidad mediante un procedimiento tal como un procedimiento que comprenda hacer mayor la diferencia de temperatura (ΔT) entre la suspensión y la camisa, o un procedimiento que comprenda aplicar una fuerza de cizalladura a la suspensión con un molino lineal o similar durante la preparación y/o después de la preparación de la suspensión.

Independientemente del procedimiento de precipitación de cristales finos en gran cantidad, se pueden añadir otros componentes desde los puntos de vista de la resistencia de partícula y la estabilización de la suspensión. Por ejemplo, es preferible que se añada silicato de sodio en primer lugar desde el punto de vista de potenciar la resistencia de partícula, y que se añada cloruro de sodio al final desde el punto de vista de la estabilización de la suspensión.

2. Etapa (b)

La etapa (b) comprende secar por pulverización la suspensión obtenida en la etapa (a) para dar partículas de base. Las condiciones para secar por pulverización la suspensión obtenida en la etapa (a) no están particularmente limitadas, siempre que las sustancias formuladas en la suspensión no se vean sustancialmente afectadas y pueden emplearse condiciones de secado por pulverización llevadas a cabo de forma general.

La temperatura de secado por pulverización es preferiblemente de 150°C a 300°C, más preferiblemente de 170° a 250°C, desde los puntos de vista de la mejora de la eficacia de secado y suprimir la descomposición. Por otra parte, como dispositivo para llevar a cabo el secado por pulverización, se puede usar una torre de secado por pulverización normalmente conocida. Es preferible que la temperatura del aire de escape de la torre de secado por pulverización se ajuste de 80°C a 130°C.

Durante el secado por pulverización en la presente invención es importante obtener la partícula de base que tenga un tamaño de partícula relativamente pequeño con una distribución del tamaño de partícula estrecha. Para este propósito, es importante seleccionar el tipo de boquilla y su presión de pulverización. Por ejemplo, el objeto mencionado anteriormente se puede lograr usando una boquilla de alta presión de tipo de fluido único.

3. Etapa (c)

La etapa (c) comprende mezclar el precursor ácido líquido (B) de un tensioactivo aniónico no jabonoso con las partículas de base obtenidas en la etapa (b) para llevar a cabo la neutralización en seco. Es preferible que el componente (B) se mezcle de la forma más homogénea posible con las partículas de base.

ES 2 289 353 T3

Como procedimiento para añadir el componente (B), es preferible que el componente (B) se añada de la forma más homogénea posible pulverizando el componente (B) con una boquilla. La temperatura a la que se añade el componente (B) es preferiblemente de 40° a 80°C, más preferiblemente de 50° a 70°C, desde el punto de vista de la fluidez.

5 La temperatura de neutralización en seco es preferiblemente mejor cuanto más alta desde el punto de vista de acelerar la reacción y la temperatura de neutralización en seco es preferiblemente de 60° a 80°C. Por otro lado, la temperatura de neutralización en seco es mejor cuanto más baja, desde los puntos de vista de retrasar la reacción y ampliar el estado mezclado con el ácido líquido, recubriendo con ello uniformemente la superficie de la partícula, y la temperatura de neutralización en seco es preferiblemente de 20° a 40°C.

10 También, durante la neutralización en seco, es probable que se produzca la agregación de las partículas detergentes dado que el componente (B) se hace más viscoso mediante la neutralización. Un procedimiento para suprimir la agregación incluye un procedimiento que comprende permitir una corriente de aire durante la reacción de neutralización, disminuyendo con ello la propiedad adhesiva de la superficie del tensioactivo. También es eficaz a su vez añadir un ácido inorgánico al componente (B), formando con ello una sal inorgánica al mismo tiempo que la formación del tensioactivo.

15 Por otro lado, con el fin de acelerar la neutralización en seco, la solución alcalina acuosa de la sustancia inorgánica alcalina sólida soluble en agua (A) se puede añadir a las partículas de base antes de la adición del ácido líquido.

20 En la etapa (c), es preferible que la potencia de corte durante la neutralización se reduzca al máximo posible con el fin de suprimir la desintegración de las partículas de base durante la neutralización en seco. Es más preferible que sólo se use un mecanismo de mezclado y no se aplique una potencia de corte mediante un mecanismo de corte tal como un triturador. El mezclador en el que no se aplica la potencia de corte anteriormente mencionada incluye, por ejemplo, un mezclador Ribbon, un mezclador Nauta y similares. Incluso en un caso en el que se use un dispositivo equipado con un mecanismo de corte, tal como un mezclador Lödige o un mezclador de alta velocidad, la desintegración de las partículas de base se puede suprimir reduciendo una potencia de corte con una rotación de baja velocidad del triturador o sin usar el mecanismo de corte. Además, incluso si no se aplicase la potencia de corte dado que la partícula de base comprende una sustancia inorgánica alcalina sólida soluble en agua en la forma más fina posible en una cantidad que excede con mucho la cantidad equivalente para la neutralización, se puede llevar a cabo fácilmente la neutralización en seco sobre la superficie de la partícula de base.

4. Etapa (d)

35 Es preferible que la etapa que comprende la modificación de la superficie se lleve a cabo con un adyuvante de fluidización [etapa (d)] con el fin de mejorar adicionalmente las propiedades de fluidez y la estabilidad durante el almacenamiento de la partícula detergente obtenida en la etapa (c), cuya superficie está recubierta con el tensioactivo aniónico no jabonoso.

40 Las condiciones para la modificación de la superficie no están particularmente limitadas, y es preferible que el adyuvante de fluidización se distribuya sobre la superficie de la partícula detergente de la forma más uniforme posible.

La temperatura en el dispositivo para la modificación de la superficie no está particularmente limitada. Es preferible que la modificación de la superficie se lleve a cabo con refrigeración desde el punto de vista de solidificar el tensioactivo.

45 El dispositivo para la modificación de la superficie es preferiblemente un dispositivo que puede aportar una fuerte potencia de agitación y potencia de corte al mismo tiempo, y modificar la superficie de forma uniforme. Como el dispositivo descrito anteriormente, se pueden usar de forma adecuada un mezclador Lödige y un mezclador de alta velocidad.

A continuación se describirán propiedades de las partículas de base y de las partículas detergentes de la presente invención y procedimientos para determinar las propiedades de las mismas.

55 *Propiedades de las partículas de base*

Una de las características de la presente invención reside en que se proporciona una partícula de base capaz de reaccionar rápidamente con un precursor de ácido líquido de un tensioactivo aniónico no jabonoso, para fijar el tensioactivo sobre su superficie. Para este propósito, se formula una gran cantidad del álcali, se hace más fino y se seca por pulverización. Es preferible que la partícula después del secado por pulverización satisfaga las siguientes propiedades.

60 Las partículas de base tienen un tamaño medio de partícula de 150 a 400 μm , preferiblemente de 200 a 300 μm , desde los puntos de vista de la reactividad y la fluidez.

65 Las partículas de base tiene una resistencia de partícula de preferiblemente 100 kg/cm^2 o más, más preferiblemente de 200 kg/cm^2 o más, desde el punto de vista de suprimir la desintegración durante la neutralización en seco.

ES 2 289 353 T3

Las partículas de base tienen un contenido en agua de preferiblemente 10% en peso o menos, más preferiblemente de 5% en peso o menos, aún más preferiblemente de 3% en peso o menos, desde el punto de vista del fácil manejo y la estabilidad durante el almacenamiento.

5 Además, la densidad relativa de las partículas de base es preferiblemente igual o ligeramente menor que la de las partículas detergentes, y se desea que la densidad relativa sea menor que la densidad relativa deseada en 50 a 100 g/l o así. A este respecto, cuando el tensioactivo que es líquido a temperatura ambiente o agua se usa junto, es preferible que la densidad relativa sea inferior a la densidad relativa deseada en 100 a 200 g/l o así.

10 *Propiedades de las partículas detergentes*

Es preferible que las partículas detergentes en la presente invención se preparen mediante neutralización en seco, mientras que se mantienen la distribución del tamaño de partícula y la forma de las partículas de base tanto como sea posible. Por lo tanto, las propiedades de las partículas detergentes se ven afectadas en gran medida por las propiedades de las partículas de base, y las partículas detergentes deseadas se pueden obtener usando las partículas de base anteriormente mencionadas.

20 Específicamente, las partículas detergentes tienen un tamaño medio de partícula de preferiblemente 150 a 500 μm , más preferiblemente de 180 a 300 μm , desde los puntos de vista de la facilidad de manejo y el aspecto externo.

Las partículas detergentes tienen un contenido en agua de preferiblemente 10% en peso o menos, más preferiblemente de 5% en peso o menos, aún más preferiblemente de 3% en peso o menos, desde el punto de vista de la estabilidad durante el almacenamiento.

25 Las partículas detergentes también tienen una densidad relativa de preferiblemente de 150 a 800 g/l, más preferiblemente de 250 a 600 g/l, aún más preferiblemente de 300 a 500 g/l.

30 Entre las partículas detergentes que tienen estas propiedades, son preferibles partículas detergentes que comprenden una partícula detergente en la que se conserve el tamaño de la partícula de base anteriormente mencionada. A este respecto, la conservación de la forma de la partícula de base se evalúa por el grado de crecimiento de la partícula de la partícula detergente.

35 El grado de crecimiento de la partícula es preferiblemente de 0,9 a 1,6, más preferiblemente de 0,9 a 1,4. El grado de crecimiento de la partícula se puede determinar mediante la siguiente ecuación:

$$\text{Grado de crecimiento de la partícula} = \frac{\text{Tamaño medio de partícula de las partículas detergentes finales}}{\text{Tamaño medio de partícula de las partículas de base}}$$

40 Las "partículas detergentes finales" se refieren a partículas obtenidas después de la neutralización en seco o, cuando son sometidas a una etapa de modificación de la superficie, partículas obtenidas mediante la etapa de modificación de la superficie.

45 *Procedimientos para la evaluación de las propiedades*

Los procedimientos para determinar las propiedades de las partículas de base anteriormente mencionadas o partículas detergentes se describen a continuación.

50 1. *Densidad relativa*

La densidad relativa se mide mediante un procedimiento según JIS K3362.

55 2. *Tamaño medio de partícula*

El tamaño medio de partícula se mide haciendo vibrar una muestra durante 5 minutos usando tamices convencionales (aberturas de tamiz: 2000 a 125 μm) según JIS K8801, y calculando a continuación la mediana del tamaño desde un porcentaje en peso según las aberturas de los tamices.

60 3. *Resistencia de la partícula*

El procedimiento para medir la resistencia de la partícula es como sigue.

65 Se carga un recipiente cilíndrico de un diámetro interno de 3 cm y una altura de 8 cm con 20 g de una muestra, y el recipiente que contiene la muestra (fabricado por TSUTSUI RIKAGAKU KIKAI CO. LTD., dispositivo de medición de la densidad relativa cerrado de tipo de golpeo "Modelo TVP1", condiciones de golpeo: periodo 36 veces/minuto, caída libre desde una altura de 60 mm) se golpea 30 veces. Se mide la altura de la muestra en ese momento (una

ES 2 289 353 T3

altura de muestra inicial). Después de ello, se presiona una superficie superior completa de la muestra mantenida en el recipiente a una velocidad de 10 mm/min con una máquina de presión para tomar mediciones para una curva de carga/desplazamiento. La pendiente de la porción lineal a una tasa de desplazamiento de 5% o menos se multiplica por una altura de muestra inicial, y el producto resultante se divide por un área presionada, para dar un cociente que se define como la resistencia de partícula.

4. *Tamaño medio de partícula de partículas finas*

En lo que respecta a las partículas finas en la suspensión, el tamaño medio de partícula se puede determinar usando, por ejemplo, un sistema FBRM (fabricado por METTLER TOLEDO) sin diluir la suspensión.

Cuando se usa el sistema FBRM, se suministra 1 l de una suspensión que se va a determinar en una taza de plástico de 1 l, y se inserta una sonda en ella a un ángulo de 40 a 45° respecto a la superficie del líquido y se coloca de forma que una superficie de determinación de la sonda no aparezca por encima de la superficie del líquido. A continuación, se agita la suspensión a 250 rpm (r/min) usando un propulsor que tiene un diámetro de 6 cm y la determinación se realiza después de confirmar que la superficie de determinación de la sonda está en la suspensión. Para este propósito, la taza de plástico se mantiene en un baño de agua para que tenga la misma temperatura que la temperatura de preparación de la suspensión.

5. *Solubilidad*

Como índice para la solubilidad de las partículas detergentes en la presente invención, se puede emplear la proporción de disolución de 60 segundos de las partículas detergentes. La proporción de disolución es preferiblemente 90% o más, más preferiblemente 95% o más. Para este propósito, la solubilidad de la composición detergente se puede evaluar también de la misma forma.

La proporción de disolución de 60 segundos de las partículas detergentes se calcula mediante el procedimiento descrito a continuación.

Un vaso de precipitado de 1 l (una forma cilíndrica que tiene un diámetro interno de 105 mm y una altura de 150 mm, por ejemplo, un vaso de precipitados de 1 l de vidrio fabricado por Iwaki Glass Co., Ltd.) se carga con 1 l de agua dura enfriada a 5°C y que tiene una dureza de agua correspondiente a 71,2 mg de CaCO₃/l (una proporción molar de Ca/Mg: 7/3). Manteniendo la temperatura del agua constante a 5°C con un baño de agua, se agita el agua con una varilla de agitación [longitud: 35 mm y diámetro: 8 mm, por ejemplo, modelo "TEFLON SA" (MARUGATA-HOSOGATA), fabricada por ADVANTEC] a una velocidad rotacional (8800 rpm) tal que una profundidad de espiral a la profundidad del agua es aproximadamente 1/3. Las partículas detergentes que se han reducido con precisión a la muestra y se han pesado para ser 1,0000 g ± 0,0010 se suministran y se dispersan en agua con agitación, y se sigue agitando. 60 segundos después de suministrar las partículas, se filtra una suspensión líquida de las partículas detergentes en el vaso de precipitados con un tamiz convencional (diámetro: 100 mm) que tiene una abertura de tamiz de 74 μm como se define según JIS Z8801 de un peso conocido. Después de ello, se recogen las partículas detergentes que contienen agua sobre el tamiz en un recipiente abierto de un peso conocido junto con el tamiz. Para este propósito, se fija el tiempo de operación desde el inicio de la filtración hasta la recogida del tamiz a 10 segundos ± 2 segundos. Los remanentes insolubles de las partículas detergentes recogidas se secan durante una hora en un secador eléctrico calentado a 105°C. Después de ello, se enfrían los remanentes insolubles secos manteniéndolos en un desecador con gel de sílice (25°C) durante 30 minutos. Después de enfriar los remanentes insolubles, se mide un peso total de los remanentes insolubles del detergente, el tamiz y el recipiente recogido, y se calcula la proporción de disolución (%) de las partículas detergentes mediante la ecuación (1):

$$\text{Proporción de disolución (\%)} = \{1 - (T/S) \times 100\}$$

en la que S es un peso (g) de las partículas detergentes suministradas y T es un peso seco (g) de remanentes insolubles de las partículas detergentes que permanecen en el tamiz cuando se filtra una solución acuosa preparada en las condiciones de agitación anteriores con el tamiz (condiciones de secado: mantener a una temperatura de 105°C durante 1 hora y mantener después de ello durante 30 minutos en un desecador (25°C) que contiene gel de sílice).

6. *Propiedades de fluidez*

El tiempo de fluencia es preferiblemente 10 segundos o menor, más preferiblemente 8 segundos o menor, aún más preferiblemente 7 segundos o menor. El tiempo de fluencia se refiere a un periodo de tiempo requerido para verter 10 ml de polvo desde una tolva usada en una medición de densidad relativa como se define en JIS K3362.

Procedimiento para la evaluación de cualidades

Los procedimientos para determinar las cualidades de las partículas detergentes mencionadas anteriormente se describen a continuación.

ES 2 289 353 T3

1. Propiedad de aglomeración (estabilidad durante el almacenamiento)

La propiedad de aglomeración evaluada como la permeabilidad a través del tamiz es preferiblemente 90% o más, más preferiblemente 95% o más. El procedimiento de ensayo para la propiedad de aglomeración es como sigue.

Una caja de tapa abierta que tiene unas dimensiones de 10,2 cm de longitud, 6,2 cm de anchura y 4 cm de altura se hace con papel de filtro (nº 2, fabricada por ADVANTEC) plegando el papel de filtro en cuatro esquinas. Se dispone un peso total de 15 g + 250 g de una placa de resina acrílica y una placa de plomo (o una placa de hierro) sobre la caja cargada con una muestra de 50 g. Se deja reposar la caja en un termostato mantenido a una temperatura de 30°C y una humedad del 80% y se evalúa el estado de aglomeración después de 7 días o 1 mes.

La evaluación se realiza calculando la permeabilidad al tamiz como sigue.

Permeabilidad al tamiz

Una muestra obtenida después del ensayo se dispone cuidadosamente sobre un tamiz (apertura de tamiz: 4760 µm, según se define por JIS Z8801), y se mide el peso de polvo que pasa a través del tamiz. Se calcula la permeabilidad basada en la muestra obtenida después del ensayo.

$$\text{Permeabilidad al tamiz (\%)} = \frac{\text{peso (g) de polvo que pasa a través del tamiz}}{\text{peso (g) de la muestra completa}} \times 100$$

2. Propiedad de desintegración

En lo referente a la propiedad de desintegración de las partículas detergentes, es preferible cuando la evaluación mediante los siguientes procedimientos de ensayo es preferiblemente rango 2 o mejor, más preferiblemente rango 1 o mejor. El procedimiento de ensayo para la evaluación de la desintegración es como sigue: se examina visualmente el estado de desintegración de un tensioactivo en el fondo (lado que no está en contacto con el polvo) del recipiente hecho con el papel de filtro después del ensayo de aglomeración. La evaluación de la propiedad de desintegración se realiza basándose en el área de porción humedecida que ocupa el fondo en los siguientes rangos 1 a 5. Para este propósito, el estado para cada rango es como sigue:

rango 1: no humedecido;

rango 2: aproximadamente 1/4 del área del fondo está humedecida;

rango 3: aproximadamente 1/2 del área del fondo está humedecida;

rango 4: aproximadamente 3/4 del área del fondo está humedecida; y

rango 5: todo el área del fondo está humedecida.

3. Distribución del tamaño de partícula

Como un índice de la distribución del tamaño de partícula, se calcula el número de Rosin-Rammler ajustando las partículas detergentes que han pasado el tamiz de 1410 µm, para determinar la distribución del tamaño de partícula. El número de Rosin-Rammler (n) se calcula usando la siguiente ecuación:

$$\log(\log(100/R(D_p))) = n \log(D_p/D_e)$$

R(D_p): proporción acumulativa [%] de polvo que tiene un tamaño de partícula de D_p µm o más,

D_p: tamaño de partícula [µm]

D_e: tamaño medio de partícula [µm]; y

n: número de Rosin-Rammler [-].

Cuanto mayor sea el número de Rosin-Rammler (n), más estrecha es la distribución del tamaño partícula. n es preferiblemente 2,0 o más, más preferiblemente 2,5 o más, aún más preferiblemente 3,0 o más.

Como se ha descrito anteriormente, dado que las partículas detergentes de la presente invención tienen excelente estabilidad durante el almacenamiento y solubilidad y una estrecha distribución del tamaño de partícula, las partículas detergentes se pueden usar adecuadamente para composiciones detergentes para prendas de lavandería.

ES 2 289 353 T3

Como se ha descrito anteriormente, las formas de realización preferidas de la presente invención son como sigue:

5 [1] partículas detergentes obtenidas mediante un procedimiento que comprende la etapa de neutralizar en seco partículas de base que comprenden una sustancia inorgánica alcalina sólida soluble en agua (A) con un precursor ácido líquido (B) de un tensioactivo aniónico no jabonoso, en el que las partículas de base se han obtenido mediante un procedimiento de secado por pulverización y en el que las partículas de base contienen el componente (A) en una cantidad igual o superior a 4 veces la cantidad equivalente para neutralizar el componente (B) y contienen una zeolita en una cantidad de 10% en peso o menos y tienen un tamaño medio de partícula de 150 a 400 μm .

10 [2] las partículas detergentes según [1] anterior, que comprenden adicionalmente un adyuvante de fluidización (C);

[3] las partículas detergentes según [1] ó [2] anterior, en las que la cantidad del componente (B) es 15 partes en peso o más, basado en 100 partes en peso de las partículas de base;

15 [4] partículas de base que tienen un tamaño medio de partícula de 150 a 400 μm , que comprenden 20 a 80% en peso de una sustancia inorgánica alcalina sólida soluble en agua;

[5] las partículas de base según [4] anterior, que comprenden adicionalmente una sal inorgánica soluble en agua;

20 [6] las partículas de base según [4] ó [5] anterior, que comprenden adicionalmente un agente quelante;

[7] las partículas de base según uno cualquiera de los anteriores [4] a [6], que comprenden adicionalmente un polímero;

25 [8] las partículas de base según uno cualquiera de los anteriores [4] a [7], que comprenden adicionalmente un tensioactivo;

[9] las partículas de base según uno cualquiera de los anteriores [4] a [8], en las que la resistencia de partícula es 100 g/cm^2 o más;

30 [10] un procedimiento para la preparación de partículas detergentes que comprende las etapas de:

(a): preparar una suspensión que comprende una sustancia inorgánica alcalina sólida soluble en agua (A) en una cantidad igual o superior a 4 veces la cantidad equivalente para neutralizar un precursor ácido líquido (B) de un tensioactivo aniónico no jabonoso que se va a añadir en la etapa (c);

(b): secar mediante pulverización la suspensión obtenida en la etapa (a) para dar partículas de base; y

40 (c): mezclar el precursor ácido líquido (B) con las partículas de base obtenidas en la etapa (b) y neutralizar en seco la mezcla resultante;

[11] el procedimiento para la preparación de partículas detergentes según [10] anterior, en el que las partículas de base y el componente (B) se mezclan sin aplicar una potencia de corte en la etapa (c);

45 [12] el procedimiento para la preparación de partículas detergentes según los anteriores [10] u [11], comprendiendo adicionalmente la etapa de:

(d): añadir un adyuvante de fluidización (C) a las partículas detergentes obtenidas en la etapa (c), modificando con ello superficialmente las partículas detergentes; y

50 [13] una composición detergente que comprende las partículas detergentes como se han definido anteriormente en cualquiera de los anteriores [1] a [3].

Ejemplo 1

55 *Preparación de partículas de base*

Se prepararon partículas de base mediante los siguientes procedimientos.

60 Se añadió la cantidad de 492,3 kg de agua a un recipiente de mezclado de 1 m^3 que tenía impulsores de agitación. Después de que la temperatura del agua alcanzase 55°C, se añadieron secuencialmente al mismo 128,9 kg de tripoli-fosfato de sodio y 211,3 kg de sulfato de sodio. La camisa se ajustó a 45°C. Después de agitar la mezcla durante 10 minutos, se añadieron a la misma 12,9 kg de una solución de poli-acrilato de sodio acuosa al 40% en peso y 154,6 kg de carbonato de sodio, y la mezcla resultante se agitó durante 60 minutos, pulverizando con circulación en un molino lineal, para dar una suspensión homogénea. La temperatura final de esta suspensión fue de 50°C. Además, el contenido 65 en agua de esta suspensión era del 50% en peso. Para este propósito se determinó el tamaño medio de partícula de partículas finas presentes en esta suspensión usando un sistema FBRM. Como resultado, el tamaño medio de partícula fue de 28 μm .

ES 2 289 353 T3

Esta suspensión se pulverizó a una presión de pulverización de 35 kg/cm² con una boquilla de pulverización a presión dispuesta cerca de la parte superior de una torre de secado por pulverización. Se suministró una alimentación de gas a la torre de secado por pulverización a una temperatura de 240°C al fondo de la torre y se extrajo a una temperatura de 107°C desde la parte superior de la torre. La composición y las propiedades de las partículas de base resultantes se muestran en la tabla 1. Para este propósito, la partícula de base se observó directamente con un SEM. Como resultado, estaban presentes partículas finas en las partículas de base, como se muestra en la figura 1.

Preparación de partículas detergentes

Se suministró la cantidad de 3,0 kg de las partículas de base obtenidas por los procedimientos anteriormente mencionados en un mezclador Lödige (fabricado por Matsuzaka Giken Co., Ltd.; capacidad: 20 l; equipado con una camisa) y se inició la rotación de un eje principal a 70 rpm, sin hacer rotar un triturador. Para este propósito, se dejó fluir agua caliente a 80°C a través de la camisa a 10 l/minuto. Se suministró una solución de 0,75 kg de una forma ácida de LAS (precursor ácido líquido de un tensioactivo aniónico no jabonoso) y 0,06 kg de ácido sulfúrico, cuya temperatura estaba controlada a 60°C, en el mezclador anterior en 1 minuto, y los componentes se mezclaron entonces y se agitaron durante 4 minutos para llevar a cabo una reacción de neutralización en seco (la cantidad de álcali en las partículas de base: 7,3 veces la cantidad equivalente para neutralizar el tensioactivo aniónico, 4,8 veces la cantidad equivalente para la neutralización por parte del ácido).

A continuación se añadieron 0,51 kg de una zeolita de tipo A a la misma y después de ello se llevó a cabo una modificación de la superficie rotando el eje principal a 150 rpm y el triturador a 3600 rpm, para dar partículas detergentes. La composición, las propiedades y la calidad de las partículas detergentes resultantes se muestran en la tabla 2. Para este propósito, el grado de crecimiento de las partículas detergentes resultantes fue 1,25.

Las partículas detergentes resultantes eran partículas que tenían una excelente solubilidad, una distribución del tamaño de partícula estrecha y una escasa propiedad de aglomeración.

Ejemplo 2

Preparación de partículas de base

Se prepararon partículas de base mediante los siguientes procedimientos.

Se añadió la cantidad de 434,5 kg de agua a un recipiente de mezclado de 1 m³ que tenía impulsores de agitación. Después de que la temperatura del agua alcanzase 55°C, se añadieron secuencialmente al mismo 178,6 kg sulfato de sodio y 127,6 de de tripolifosfato de sodio. La camisa se ajustó a 45°C. Después de agitar la mezcla durante 10 minutos, se añadieron a la misma 25,5 kg de una solución de poliacrilato de sodio acuosa al 40% en peso, 153,1 kg de carbonato de sodio, 63,8 kg de silicato de sodio N° 2 al 40% en peso y 17,0 kg de LAS-Na al 30% en peso y la mezcla resultante se agitó durante 60 minutos, pulverizando con circulación en un molino lineal, para dar una suspensión homogénea. La temperatura final de esta suspensión fue de 52°C. Además, el contenido en agua de esta suspensión era del 50% en peso. Para este propósito se determinó el tamaño medio de partícula de partículas finas presentes en esta suspensión usando un sistema FBRM. Como resultado, el tamaño medio de partícula fue de 27 µm.

Esta suspensión se pulverizó a una presión de pulverización de 35 kg/cm² con una boquilla de pulverización a presión dispuesta cerca de la parte superior de una torre de secado por pulverización. Se suministró una alimentación de gas a la torre de secado por pulverización a una temperatura de 242°C al fondo de la torre y se extrajo a una temperatura de 112°C desde la parte superior de la torre. La composición y las propiedades de las partículas de base resultantes se muestran en la tabla 1. La partícula de base se observó directamente con un SEM, como en el ejemplo 1. Como resultado, estaban presentes partículas finas en las partículas de base, como se muestra en la figura 1.

Preparación de partículas detergentes

Se suministró la cantidad de treinta kilogramos de las partículas de base obtenidas por los procedimientos anteriormente mencionados en un mezclador Ribbon (fabricado por Fuji Paudal Co., Ltd.; capacidad total: 90 l; equipado con una camisa) y se inició la rotación a una velocidad rotacional de 67 rpm, con un número de Fraude de 0,85. Para este propósito, se dejó fluir agua caliente a 80°C a través de la camisa a 10 l/minuto. Se suministró una solución de 7,5 kg de una forma ácida de LAS, cuya temperatura estaba controlada a 60°C, en él en 1 minuto, y los componentes se mezclaron entonces y se agitaron durante 5 minutos para llevar a cabo una reacción de neutralización en seco (la cantidad de álcali en las partículas de base: 7,3 veces la cantidad equivalente para neutralizar el tensioactivo aniónico).

A continuación se suministraron 2,5 kg de la mezcla anterior y 0,34 kg de una zeolita de tipo A en un mezclador Lödiger (fabricado por Matsuzaka Giken Co., Ltd.; capacidad: 20 l, equipado con una camisa) y después de ello se llevó a cabo una modificación de la superficie rotando el eje principal a 150 rpm y el triturador a 3600 rpm, para dar partículas detergentes. La composición, las propiedades y la calidad de las partículas detergentes resultantes se muestran en la tabla 2. Para este propósito, el grado de crecimiento de las partículas detergentes resultantes fue 1,08.

Las partículas detergentes resultantes eran partículas que tenían una excelente solubilidad, una distribución del tamaño de partícula estrecha y una escasa propiedad de aglomeración.

ES 2 289 353 T3

Ejemplo 3

Preparación de partículas de base

5 Se prepararon partículas de base mediante los siguientes procedimientos.

Se añadió la cantidad de 456,3 kg de agua a un recipiente de mezclado de 1 m³ que tenía impulsores de agitación. Después de que la temperatura del agua alcanzase 55°C, se añadieron secuencialmente al mismo 92,9 kg de silicato de sodio N° 2 al 40% en peso y 218,4 kg de sulfato de sodio. La camisa se ajustó a 45°C. Después de agitar la mezcla durante 10 minutos, se añadieron a la misma 46,5 kg de una solución de poliacrilato de sodio acuosa al 40% en peso y 185,9 kg de carbonato de sodio, y la mezcla resultante se agitó durante 60 minutos, pulverizando con circulación en un molino lineal, para dar una suspensión homogénea. La temperatura final de esta suspensión fue de 45,7°C. Además, el contenido en agua de esta suspensión era del 54% en peso. Para este propósito se determinó el tamaño medio de partícula de partículas finas presentes en esta suspensión usando un sistema FBRM. Como resultado, el tamaño medio de partícula fue de 22 µm.

Esta suspensión se pulverizó a una presión de pulverización de 35 kg/cm² con una boquilla de pulverización a presión dispuesta cerca de la parte superior de una torre de secado por pulverización. Se suministró una alimentación de gas a la torre de secado por pulverización a una temperatura de 240°C al fondo de la torre y se extrajo a una temperatura de 107°C desde la parte superior de la torre. La composición y las propiedades de las partículas de base resultantes se muestran en la tabla 1. Para este propósito, la partícula de base se observó directamente con un SEM, como en el ejemplo. Como resultado, estaban presentes partículas finas en las partículas de base, como se muestra en la figura 1.

25 *Preparación de partículas detergentes*

Se suministró la cantidad de 2,5 kg de las partículas de base obtenidas por los procedimientos anteriormente mencionados en un mezclador Lödige (fabricado por Matsuzaka Giken Co., Ltd.; capacidad: 20 l; equipado con una camisa) y se inició la rotación de un eje principal a 70 rpm, sin hacer rotar un triturador. Para este propósito, se dejó fluir agua caliente a 80°C a través de la camisa a 10 l/minuto. Se suministró una solución de 0,78 kg de una forma ácida de LAS (precursor ácido líquido de un tensioactivo aniónico no jabonoso) cuya temperatura estaba controlada a 60°C, en el mezclador anterior en 1 minuto, y los componentes se mezclaron entonces y se agitaron durante 4 minutos para llevar a cabo una reacción de neutralización en seco (la cantidad de álcali en las partículas de base: 7,8 veces la cantidad equivalente para neutralizar el tensioactivo aniónico, 7,8 veces la cantidad equivalente para la neutralización por parte del ácido).

A continuación se añadieron 0,83 kg de una zeolita de tipo A a la misma y después de ello se llevó a cabo una modificación de la superficie rotando el eje principal a 150 rpm y el triturador a 3600 rpm, para dar partículas detergentes. La composición, las propiedades y la calidad de las partículas detergentes resultantes se muestran en la tabla 2. Para este propósito, el grado de crecimiento de las partículas detergentes resultantes fue 1,38.

Las partículas detergentes resultantes eran partículas que tenían una excelente solubilidad, una distribución del tamaño de partícula estrecha y una escasa propiedad de aglomeración.

45 Ejemplo 4

Preparación de partículas detergentes

Se suministró la cantidad de 2,5 kg de las partículas de base obtenidas por los procedimientos en el ejemplo 3 anteriormente mencionado en un mezclador Lödige (fabricado por Matsuzaka Giken Co., Ltd.; capacidad: 20 l; equipado con una camisa) y se inició la rotación de un eje principal a 70 rpm, sin rotar hacer rotar un triturador. Para este propósito, se dejó fluir agua caliente a 80°C a través de la camisa a 10 l/minuto. Se suministró una solución de 0,73 kg de una forma ácida de LAS (precursor ácido líquido de un tensioactivo aniónico no jabonoso) cuya temperatura estaba controlada a 60°C, en el mezclador anterior en 1 minuto, y los componentes se mezclaron entonces y se agitaron durante 4 minutos para llevar a cabo una reacción de neutralización en seco (la cantidad de álcali en las partículas de base: 8,4 veces la cantidad equivalente para neutralizar el tensioactivo aniónico, 8,4 veces la cantidad equivalente para la neutralización por parte del ácido).

A continuación se añadieron 1,03 kg de tripolifosfato de sodio a la misma y después de ello se llevó a cabo una modificación de la superficie rotando el eje principal a 150 rpm y el triturador a 3600 rpm, para dar partículas detergentes. La composición, las propiedades y la calidad de las partículas detergentes resultantes se muestran en la tabla 2. Para este propósito, el grado de crecimiento de las partículas detergentes resultantes fue 1,33.

Las partículas detergentes resultantes eran partículas que tenían una excelente solubilidad, una distribución del tamaño partícula estrecha y una escasa propiedad de aglomeración.

ES 2 289 353 T3

Ejemplo 5

Preparación de partículas detergentes

5 Se suministró la cantidad de 2,5 kg de las partículas de base obtenidas por los procedimientos en el ejemplo 1 anteriormente mencionado en un mezclador Lödige (fabricado por Matsuzaka Giken Co., Ltd.; capacidad: 20 l; equipado con una camisa) y se inició la rotación de un eje principal a 70 rpm, sin rotar hacer rotar un triturador. Para este propósito, se dejó fluir agua caliente a 80°C a través de la camisa a 10 l/minuto.

10 Se suministró la cantidad de 0,23 kg de un tensioactivo no iónico (EMULGEN 180 KM, fabricado por Kao Corporation), cuya temperatura estaba controlada a 60°C, en el mezclador anterior en 1 minuto Después se suministró en el mezclador anterior una forma ácida de LAS (precursor ácido líquido de un tensioactivo aniónico no jabonoso) cuya temperatura estaba controlada a 60°C en 2 minutos y los componentes se mezclaron entonces y se agitaron durante 4 minutos para llevar a cabo una reacción de neutralización en seco (la cantidad de álcali en las partículas de base: 15 5,7 veces la cantidad equivalente para neutralizar el tensioactivo aniónico, 5,7 veces la cantidad equivalente para la neutralización por parte del ácido).

A continuación se añadieron 0,43 kg de una zeolita de tipo A y 0,30 kg de tripolifosfato de sodio pulverizado a la misma y después de ello se llevó a cabo una modificación de la superficie rotando el eje principal a 200 rpm y el triturador a 2000 rpm, para dar partículas detergentes. La composición, y las propiedades de las partículas detergentes resultantes se muestran en la tabla 2.

Las partículas detergentes resultantes eran partículas que tenían una excelente solubilidad, una distribución del tamaño de partícula estrecha y una escasa propiedad de aglomeración.

25

Ejemplo 6

Preparación de partículas detergentes

30 Se suministró la cantidad de 2,5 kg de las partículas de base obtenidas por los procedimientos en el ejemplo 1 anteriormente mencionado en un mezclador Lödige (fabricado por Matsuzaka Giken Co., Ltd.; capacidad: 20 l; equipado con una camisa) y se inició la rotación de un eje principal a 150 rpm, sin rotar hacer rotar un triturador. Para este propósito, se dejó fluir agua caliente a 80°C a través de la camisa a 10 l/minuto.

35 Se suministró la cantidad de 0,23 kg de un tensioactivo no iónico (EMULGEN 180 KM, fabricado por Kao Corporation) y 0,05 kg de agua, cuya temperatura estaba controlada a 60°C, en el mezclador anterior en 1 minuto y los componentes se mezclaron entonces y se agitaron durante 1 minuto. Después se suministraron en el mezclador anterior 0,80 kg forma ácida de LAS (precursor ácido líquido de un tensioactivo aniónico no jabonoso) cuya temperatura estaba controlada a 60°C en 2 minutos y los componentes se mezclaron entonces durante 4 minutos para llevar a cabo una reacción de neutralización en seco (la cantidad de álcali en las partículas de base: 5,7 veces la cantidad equivalente para neutralizar el tensioactivo aniónico, 5,7 veces la cantidad equivalente para la neutralización por parte del ácido).

45 A continuación se añadieron 0,43 kg de una zeolita de tipo A y 0,25 kg de tripolifosfato de sodio pulverizado a la misma y después de ello se llevó a cabo una modificación de la superficie rotando el eje principal a 200 rpm y el triturador a 2000 rpm, para dar partículas detergentes. La composición, y las propiedades de las partículas detergentes resultantes se muestran en la tabla 2.

50 Las partículas detergentes resultantes eran partículas que tenían una excelente solubilidad, una distribución del tamaño de partícula estrecha y una escasa propiedad de aglomeración.

55

60

65

ES 2 289 353 T3

TABLA 1

| | Ej. 1 | Ej. 2 | Ej. 3 | Ej. 4 | Ej. 5 | Ej. 6 |
|----|--|----------|----------|----------|----------|----------|
| 5 | | | | | | |
| 10 | <u>Composición de las partículas de base (% en peso)</u> | | | | | |
| 15 | <u>Componente A</u> | | | | | |
| | 30 | 30 | 40 | 40 | 30 | 30 |
| | Carbonato de sodio | | | | | |
| | <u>Otros</u> | | | | | |
| 20 | 25 | 25 | 0 | 0 | 25 | 25 |
| | Tripolifosfato de sodio | | | | | |
| | 41 | 35 | 47 | 47 | 41 | 41 |
| | Sulfato de sodio | | | | | |
| | 0 | 1 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| | LAS-Na | | | | | |
| 25 | 1 | 2 | 4 | 4 | 1 | 1 |
| | Poliacrilato de sodio | | | | | |
| | 0 | 5 | 8 | 8 | 0 | 0 |
| | Silicato de sodio N° 2 | | | | | |
| | 3 | 2 | 1 | 1 | 3 | 3 |
| | Agua | | | | | |
| 30 | <u>Propiedades de las partículas de base</u> | | | | | |
| | 580 | 381 | 447 | 447 | 580 | 580 |
| | Densidad relativa [g/l] | | | | | |
| 35 | 269 | 294 | 231 | 231 | 269 | 269 |
| | Tamaño medio de partícula [µm] | | | | | |
| 40 | 238 | 150 | 125 | 125 | 238 | 238 |
| | Resistencia de partícula [g/cm ²] | | | | | |

TABLA 2

| | Ej. 1 | Ej. 2 | Ej. 3 | Ej. 4 | Ej. 5 | Ej. 6 |
|----|---|----------|----------|----------|----------|----------|
| 45 | | | | | | |
| 50 | <u>Composición de las partículas detergentes (partes en peso)</u> | | | | | |
| 55 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 |
| | <u>Partículas de base</u> | | | | | |
| | <u>Componente B precursor</u> | | | | | |
| | <u>ácido líquido</u> | | | | | |
| 60 | 25 | 25 | 31 | 29 | 32 | 32 |
| | Forma ácida de LAS | | | | | |
| | <u>Otros</u> | | | | | |
| 65 | 2 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| | Ácido sulfúrico | | | | | |
| | 0 | 0 | 0 | 0 | 9 | 9 |
| | Tensioactivo no iónico | | | | | |

ES 2 289 353 T3

| | | | | | | | |
|----|--|------|------|------|------|------|------|
| | Agua | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 2 |
| | <u>Componente (C)</u> | | | | | | |
| 5 | Zeolita de tipo A | 17 | 17 | 33 | 0 | 17 | 17 |
| | Tripolifosfato de sodio | 0 | 0 | 0 | 41 | 12 | 10 |
| 10 | <u>Eficiencia de producción</u> | | | | | | |
| 15 | Proporción de partículas que tienen un tamaño de 1410 µm o menos [% en peso] | 91 | 95 | 95 | 92 | 91 | 93 |
| 20 | <u>Propiedades de las partículas de base</u> | | | | | | |
| | Densidad relativa [g/l] | 587 | 446 | 526 | 490 | 680 | 710 |
| 25 | Tamaño medio de partícula [µm] | 336 | 317 | 319 | 306 | 303 | 288 |
| 30 | Proporción de disolución en 60 segundos [%] | 95 | 96 | 98 | 96 | 94 | 96 |
| | Fluidez | 6,2 | 6,4 | 5,9 | 6,3 | 6,3 | 6,2 |
| 35 | <u>Calidad de las partículas detergentes</u> | | | | | | |
| 40 | Número de Rosin-Rammler [-] | 3,14 | 3,34 | 2,63 | 2,76 | 2,53 | 2,61 |
| 45 | Permeabilidad al tamiz [%] (después de 7 días) | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 |
| 50 | Propiedad de desintegración [-] | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 |

Aplicabilidad industrial

55 Dado que las partículas detergentes de la presente tienen excelente estabilidad durante el almacenamiento y solubilidad, y una distribución del tamaño de partícula estrecha, se muestra el efecto de que se pueden obtener composiciones detergentes que se usan adecuadamente para detergentes de lavandería usando las partículas detergentes anteriores. Las partículas detergentes de la presente invención son adecuadas para detergentes de lavandería, detergentes para lavavajillas y similares.

60

65

REIVINDICACIONES

5 1. Partículas detergentes obtenibles mediante un procedimiento que comprende la etapa de neutralizar en seco partículas de base que comprenden una sustancia inorgánica alcalina sólida soluble en agua (A) con un precursor ácido líquido (B) de un tensioactivo aniónico no jabonoso, en el que las partículas de base son obtenibles mediante un procedimiento de secado por pulverización y en el que las partículas de base contienen el componente (A) en una cantidad igual o superior a 4 veces la cantidad equivalente para neutralizar el componente (B), contienen una zeolita en una cantidad de 10% en peso o menos y tienen un tamaño medio de partícula de 150 a 400 μm .

10 2. Partículas de base que tienen un tamaño medio de partícula de 150 a 400 μm , que comprenden 20 a 80% en peso de una sustancia inorgánica alcalina sólida soluble en agua y una zeolita en una cantidad de 10% en peso o menos.

3. Un procedimiento para la preparación de partículas detergentes que comprende las etapas de:

15 (a): preparar una suspensión que comprende una sustancia inorgánica alcalina sólida soluble en agua (A) en una cantidad igual o superior a 4 veces la cantidad equivalente para neutralizar un precursor ácido líquido (B) de un tensioactivo aniónico no jabonoso que se va a añadir en la etapa (c) y una zeolita en una cantidad de 10% en peso o menos;

20 (b): secar mediante pulverización la suspensión obtenida en la etapa (a) para dar partículas de base; y

(c): mezclar el precursor ácido líquido (B) con las partículas de base obtenidas en la etapa (b) y neutralizar en seco la mezcla resultante.

25 4. El procedimiento para la preparación de partículas detergentes según la reivindicación 3, que comprende adicionalmente la etapa de:

30 (d): añadir un adyuvante de fluidización (C) a las partículas detergentes obtenidas en la etapa (c), modificando superficialmente con ello las partículas detergentes.

5. Una composición detergente que comprende las partículas detergentes como se han definido en la reivindicación 1.

35

40

45

50

55

60

65

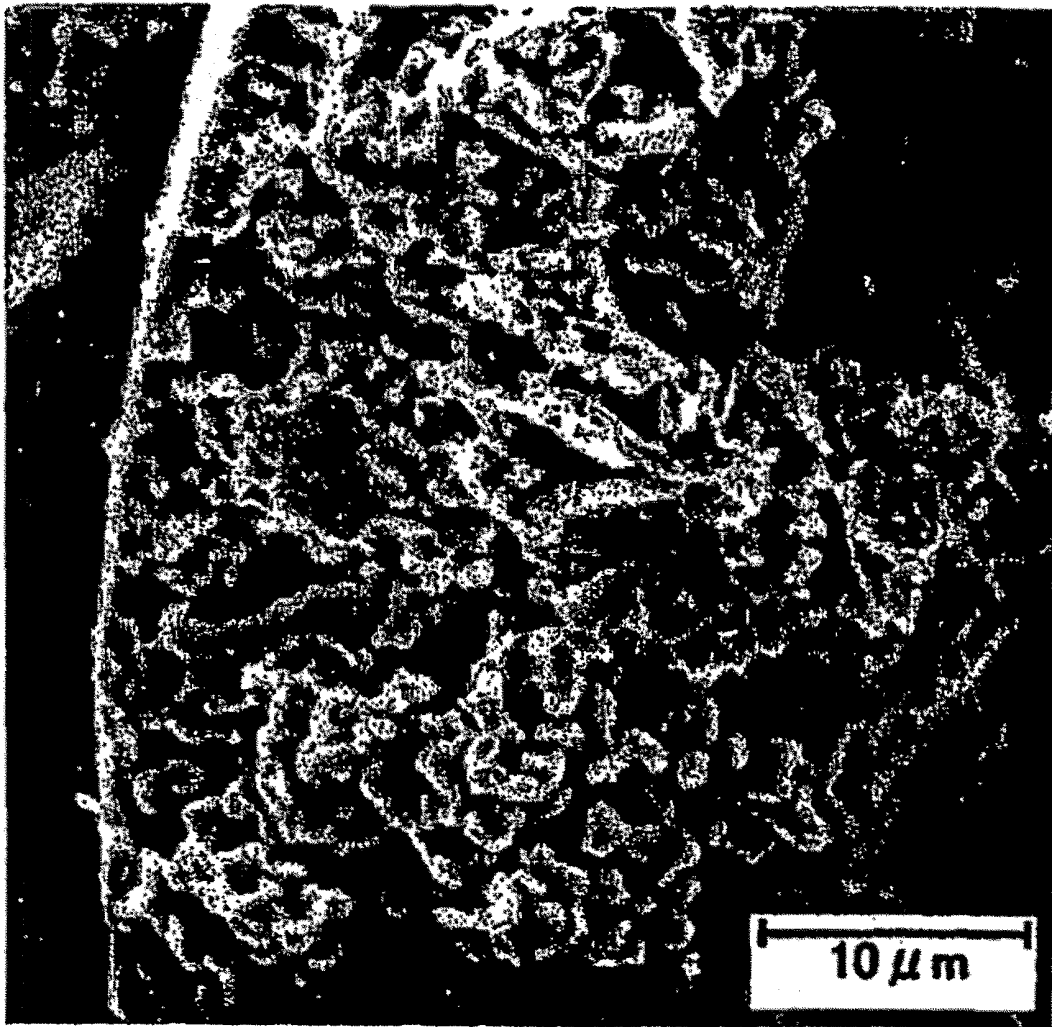


FIG. 1