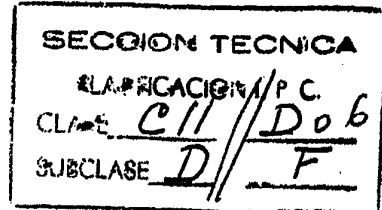
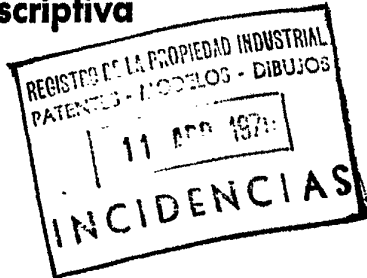


P.- 41.835

U.S. Serial
Nº 733.315



Memoria descriptiva



para solicitar PATENTE DE INVENCION

por 20 años

a nombre de COLGATE-PAIMOLIVE COMPANY

entidad / ~~de nacionalidad~~ norteamericana.

con domicilio en 300 Park Avenue, Nueva York, N.Y., Estados
Unidos de América

por: "UN PROCEDIMIENTO DE PREPARAR UN PRODUCTO DETERGENTE"
(Clase Internacional C11d)

11 Aot.



Esta invención se refiere a composiciones detergentes en partículas que contienen enzimas, cuyas composiciones son especialmente apropiadas para su uso en el lavado de las ropas, como en una máquina lavadora del tipo automático, o semi-automático, usada en el hogar.

De acuerdo con un aspecto de esta invención, se prepara una composición detergente granular que comprende partículas con una estructura substancialmente uniforme con marcas como de viruela, esponjosas, que contienen oquedades esferoidales, cuyas partículas están formadas de agregados coherentes irregularmente conformados de un material amorfo y cristalino incluyendo plaquitas cristalinas no orientadas, llevando dichas partículas distribuídas sobre las mismas partículas finas de una preparación enzimática.

Las partículas de una estructura esponjosa como con marcas de viruelas pueden ser producidas expandiendo una mezcla acuosa de una sal hidratable mejoradora de detergencia y un detergente, solidificando la mezcla expanda por ejemplo por hidratación de la sal mejoradora de detergencia, y luego disgregando la mezcla solidificada en partículas pequeñas. La expansión de la mezcla puede ser efectuada por burbujas de gas formadas in situ.

En la preparación de las partículas de una estructura esponjosa como con marcas de viruela, un método preferido para formar las burbujas de gas en la mezcla es el que emplea un compuesto que libera oxígeno, preferiblemente peróxido de hidrógeno, el cual forma oxígeno y agua en la descomposición, proporcionando un blanqueo e hinchazón eficaces. Otra técnica para formar las pequeñas burbujas



de gas deseables es someter una mezcla del detergente acuoso y un gas (por ejemplo, nitrógeno, oxígeno, dióxido de carbono y preferiblemente aire) a un cizallamiento alto, preferiblemente bajo una presión superior a la atmosférica, por ejemplo, una presión de 14-3,5 kg/cm² manométricos.

En lugar de usar un compuesto que libera oxígeno como se ha descrito previamente, se pueden usar otros métodos para formar burbujas de gas in situ. En una técnica apropiada, el gas es vapor de agua, siendo el vapor de agua generado por calentamiento interno, por ejemplo por la reacción de un trimetafosfato de metal alcalino con una base. En la última reacción el trimetafosfato se transforma en un tripolifosfato y se desarrolla una gran cantidad de calor; ésto puede aumentar la temperatura de la mezcla acuosa al punto de ebullición, convirtiendo algo del agua libre en vapor y por lo tanto generando burbujas pequeñas discontinuas de gas. El tripolifosfato producido por la reacción es, a su vez, convertido en cristales hidratados separando por lo tanto el agua libre de la mezcla espumada y ayudando a hacerla más viscosa o sólida.

Pueden ser empleadas combinaciones de estos métodos en la fabricación de las partículas de una estructura esponjosa con marcas como de viruela. Por ejemplo, en el uso del alto cizallado o del compuesto de peroxígeno, todo o parte del contenido de tripolifosfato de la mezcla puede ser generado in situ por la reacción del trimetafosfato y la base. También puede ser sometida a un alto cizallamiento, si se desea, una mezcla que contiene peróxido.



La sal mejoradora de detergencia usada en la mezcla es preferiblemente una que forma un hidrato estable a la temperatura ambiente. La sal inorgánica más altamente preferida es el tripolifosfato pentasódico de la Forma II; sin embargo, otros polifosfatos aloalinos hidratables tales como el tripolifosfato pentasódico de la Forma I y el pirofosfato tetrasódico también pueden ser empleados. Asimismo, si se desea, el silicato sódico, ortofosfato trisódico, sulfato sódico, carbonato sódico, bicarbonato sódico o sales similares, alcalinas y neutras, mejoradoras de detergencia, pueden ser usadas para llevar a cabo el procedimiento de la presente invención. Como se ha indicado previamente, la sal hidratable puede ser tripolifosfato sódico que reacciona con una base acuosa para rendir hexahidrato de tripolifosfato sódico.

Un margen apropiado de proporciones de la sal inorgánica es de 10 a 75% de las partículas esponjosas terminadas.

El contenido de agua de la mezcla que es espumada dependerá del procedimiento de espumación en particular. En el procedimiento en el que la mezcla es una masa pastaosa antes de la espumación, el contenido de agua puede estar en el margen de 15 a 40%, preferiblemente en el margen de 15 a 30%. Se han obtenido resultados particularmente buenos usando pastas cuyos contenidos de agua eran del 20 al 25% y cuyos contenidos sólidos eran correspondientemente del 80 al 75%. La cantidad de agua debe ser tal que la masa sea de tal viscosidad y fluidez que pueda formar una pasta uniforme que tenga una consistencia que la permita hincharse o expandirse pero que evite que suban las

11AEM



5 burbujas de gas a través de la pasta y por lo tanto conserva substancialmente una estructura de burbujas finas de gas dispersadas a fondo, evitando la coalescencia substancial de las burbujas de gas o la pérdida de gas desde el sistema.

10 El detergente empleado para preparar las partículas de estructura esponjosa con marcas como de viruela es preferiblemente un detergente orgánico sintético, soluble en agua, que en general, debe tener propiedades espumantes. Ejemplos de sales solubles en agua de detergentes que contienen sulfoxi de alto peso molecular tales como sulfonatos o sulfatos que tienen una cadena larga hidróroba (por ejemplo de 10 a 20 átomos de carbono) tales como alcohol superior - bencenosulfonatos (por ejemplo dodecil- o tridecildibencenosulfonato), un parafinsulfonato que tiene por ejemplo de 10 a 20, preferiblemente de 15 a 20 átomos de carbono tal como parafinsulfonatos primarios preparados haciendo reaccionar alfa-olefinas de cadena larga y bisulfitos (por ejemplo bisulfito sódico) o parafinsulfonatos que tienen los grupos sulfonato distribuidos a lo largo de la cadena de parafina tal como los productos preparados haciendo reaccionar parafinas de cadena larga con dióxido de azufre y oxígeno bajo luz ultravioleta seguido por neutralización con NaOH u otra base apropiada; un olefinsulfonato (preparado, por ejemplo, haciendo reaccionar SO_3 gaseoso altamente diluido con una alfa-olefina seguido de calentamiento con alcalis, y que contiene hidroxialcanosulfonatos y alquenilsulfonatos) o un sulfato de alcohol graso (por ejemplo un sulfato de un alcohol superior o un sulfato de un alcohol



superior etoxilado que tiene de 1 a 5, preferiblemente 3, grupos de oxietileno por molécula). Otros detergentes aniónicos sintéticos apropiados incluyen los jabones solubles en agua de ácidos grasos superiores tales como el jabón sódico de una mezcla de 85:15 de ácidos grasos de sebo y aceite de coco.

Además de los detergentes aniónicos, el detergente orgánico puede constituirse en su totalidad o en parte por un detergente sintético no iónico tal como detergentes no iónicos del tipo de condensados de poli(óxido de etileno), por ejemplo el condensado de óxido de etileno con polipropilenglicol cuyo condensado contiene 80% de óxido de etileno y tiene un peso molecular de 1700, e iso-octil-fenoxi polietilenoetanol que tiene 8,5 grupos etanoxi por molécula. Similarmente pueden ser empleados detergentes catiónicos y/o anfóliticos en cantidades compatibles. Pueden estar presentes detergentes de alquilaminoóxido tales como lauril o miristildimetilaminoóxidos. Pueden ser empleadas mezclas de dos o más detergentes.

La cantidad total del detergente orgánico está apropiadamente en el margen de 2 a 65%, preferiblemente 10 a 40% de las partículas esponjosas rinales.

Para facilitar el manejo cuando la mezcla que se espuma tiene un contenido de agua desahablemente bajo, toda o una gran parte del agua puede ser pre-mezclada con una parte de los sólidos y el resto de los sólidos puede ser agregado justamente antes de la operación de espumado aumentando así la viscosidad de la mezcla.

Cuando la etapa de espumado va acompañada de la conversión del trimetafosfato en tripolifosfato hidratado,



la mezcla antes de espumarse puede ser una lecnada que tiene una viscosidad comparativamente baja, cuya viscosidad aumenta considerablemente con la formación in situ de una cantidad substancial del hidrato de tripolifosfato durante la operación de espumado.

El peróxido de hidrógeno puede ser suministrado en forma de solución acuosa de calidad comercial, por ejemplo, a una concentración del 20 al 50% y puede contener un estabilizador. La cantidad empleada puede ser, por ejemplo, del margen de 1/4% a 1% de H_2O_2 referida al peso total de la pasta. Bajo las condiciones alcalinas (por ejemplo un pH de 9,5 a 11) y las temperaturas (por ejemplo 35 a 60°C) que son preferidas en la etapa de mezclado, el peróxido de hidrógeno no requiere la presencia de ningún reactivo adicional sino que más bien se descompone a una velocidad fija apropiada efectivamente para blanquear la composición detergente y para rendir pequeñas burbujas uniformes de gas.

Percompuestos que rinden oxígeno distintos del peróxido de hidrógeno que pueden ser empleados en la presente invención incluyen las persales, tales como, por ejemplo, perborato sódico, a pesar de que en tal caso es usualmente necesario el usar condiciones más vigorosas, por ejemplo una temperatura de la pasta de por lo menos 65°C. o el uso de un catalizador de descomposición con el fin de lograr una liberación adecuada de oxígeno mientras que la pasta se encuentra en un estado fluido o plástico que conduce a la expansión.

En el procedimiento en el que la mezcla es sometida a un alto cizallamiento, es preferible introducir aire



comprimido dentro de la pasta y después someter la mezcla bajo presión al cizallamiento en un mezclador apropiado capaz de impartir grandes cantidades de energía y altas velocidades de cizallamiento a la mezcla con lo cuál la mayor parte del material gaseoso se divide en cuerpos gaseosos discontinuos que tienen un diámetro promedio del orden de menos de 0,085 mm. y preferiblemente menos de 0,054 mm.

"Cizallamiento" como se usa aquí se refiere a una acción que resulta de las fuerzas aplicadas cuya acción ocasiona que porciones contiguas de la mezcla que es tratada se deslizen unas con relación a las otras. Las fuerzas aplicadas a la mezcla varían con el equipo usado y los parámetros de operación del procedimiento. Por "alto cizallamiento" se quiere decir una acción del tipo expuesto inmediatamente antes, en el cual hay un "Factor de Cizallamiento (f)" como se describe abajo, de más de 5 y preferiblemente de más de alrededor de 6,5.

$$\text{Factor de cizallamiento (F)} = \frac{1,2 \times 10^{-3} \text{ rRT}}{dC}$$

en donde:

r = radio del rotor del mezclador en centímetros o su equivalente para un tipo diferente de dispositivo mezclador;

R = el número de revoluciones del rotor del mezclador por minuto o su equivalente;

T = la velocidad de alimentación del material a ser cizallado en kilogramos por hora;

d = el espacio entre las cuchillas del rotor y las



del estator en centímetros o su equivalente; y
C = la capacidad volumétrica del dispositivo mezclador en litros.

5 Los mezcladores apropiados de alto cizallamiento son generalmente de capacidad relativamente pequeña de manera que en cualquier momento particular solamente se trabaja una pequeña cantidad de lechada, permitiendo por lo tanto que una mayor porción de energía consumida sea usada directamente sobre la lechada sin que se disipe en
10 un intento de mezclar grandes cantidades de material al mismo tiempo. Por lo tanto, el mezclador tendrá ventajosamente una capacidad de menos de alrededor de 3,79 l. por lo cual el material puede pasar a través del mezclador en menos de 30 segundos después de haber sido sometido a un cizallamiento extremadamente alto durante este
15 corto período de tiempo. El dispositivo mezclador puede ser de cualquier estructura apropiada y, por ejemplo, puede ventajosamente comprender una cámara mezcladora que tiene dos estatores y un rotor adaptado para rotar entre
20 los estatores. Las caras internas de ambos estatores y ambas caras del rotor pueden estar provistas de filas concéntricas de cuchillas montadas de manera que las cuchillas del rotor engranen estrechamente pero fuera de contacto con las cuchillas de los estatores. La lechada puede pasar ventajosamente desde un orificio de entrada en
25 el centro de un estator, entre las cuchillas de ese estator y el rotor, a través del rotor, y entre las cuchillas del otro estator y el rotor, y después hacia una salida al final del mezclador. Al hacer este recorrido a través
30 del dispositivo mezclador la lechada y el material ga-

11A



seoso son rasgados, estirados, y cortados por las cuchillas en corrientes incontables y cuerpos diminutos del material gaseoso son distribuidos uniformemente a todo lo largo de la lechada.

5 El material espumado es preferiblemente descargado desde el mezclador de alto cizallamiento a través de un tubo que sirve también como un medio para ajustar la presión en el mezclador. Por lo tanto, aumentando la longitud o disminuyendo el diámetro del tubo de descarga, puede ser aumentada la presión en el mezclador. Es deseable usar un miembro de control de presión de este tipo en lugar de una válvula de estrangulación para evitar que decaiga de pronto la presión lo cual puede causar una inestabilidad del producto. La longitud y el diámetro del tubo pueden ser cambiados para mantener la presión del mezclador dentro del margen de 2,1 a 7,0 kg. por centímetro cuadrado manométricos y preferiblemente dentro de 3,6 a 4,6 kg. por centímetro cuadrado manométricos. Ventajosamente la longitud del tubo será de al menos diez veces el diámetro equivalente del mismo.

10

15

20

Al generar espuma por formación de vapor de agua in situ por reacción del trimetafosfato y una base fuerte, es preferible usar como base un hidróxido, carbonato o silicato de metal alcalino (preferiblemente Na o K) (teniendo una proporción de $\text{SiO}_2/\text{M}_2\text{O}$ de menos de 2, en donde M es el metal alcalino), siendo preferiblemente la cantidad de la base suficiente para convertir por lo menos la mitad del trimetafosfato en el tripolifosfato correspondiente, más preferiblemente (para una completa conversión) por lo menos 2 equivalentes (por ejemplo

25

30

11 ABR



5 hasta 6 equivalentes) de una base fuerte por mol de trimetafosfato. Es también preferible calentar la mezcla ya sea suministrando el precursor de mezcla a una temperatura elevada. (por ejemplo por encima de 50°C, preferiblemente por encima de 70°C.) antes de que se añada la base fuerte o calentar la mezcla que contiene la base y el trimetafosfato, de manera que la temperatura de la mezcla se aumente eventualmente hasta alrededor del punto de ebullición.

10 Es generalmente deseable mezclar la mezcla final espumable rápidamente y que siga al mezclado un período de reposo inactivo en el cual se lleva a cabo una parte importante de la hidratación de la sal sin agitación externa. El gas debe expandir la masa al grado deseado antes de que la hidratación de la sal endurezca indeseablemente la pasta, pero el mezclado de la pasta no debe continuar hasta el extremo de que ocurra una pérdida sustancial de gas. Por lo tanto, cuando se emplea peróxido de hidrógeno en un procedimiento continuo, los ingredientes son mezclados juntos rápidamente, casi instantáneamente, siendo la pasta expelida del mezclador a un receptor en menos de alrededor de un minuto, de manera que se pueda hinchar, enfriar y solidificar en una etapa inactiva.

25 En una operación discontinua con peróxido de hidrógeno, se ha encontrado deseable añadir el tripolifosfato pentasódico preferido y el peróxido de hidrógeno al mezclador como los últimos dos constituyentes, y añadir cada uno de estos dos constituyentes a los componentes de la pasta previamente mezclados tan pronto como sea posi-

11 ABR



ble. El mezclado de la pasta final se continúa después durante un período de tiempo mínimo necesario para lograr el mezclado a fondo de todos los constituyentes. Este puede ser menos de un minuto, y preferiblemente es del orden de 30 segundos. No es necesario limpiar el mezclador después de la descarga de su contenido ya que puede ser preparada en el mismo una nueva carga de material en presencia de los restos de materiales previamente mezclados (totalizando hasta como mucho un 10% de la nueva carga) sin requerir un aumento en la cantidad de peróxido empleado.

Similarmente, en el procedimiento espumante de alto cizallamiento, el tiempo después del cuál todos los componentes del producto final han sido mezclados y antes de que se comience la etapa de mezclado de alto cizallamiento se mantiene apropiadamente en menos de alrededor de cinco segundos. El tiempo de pasada en el mezclador de alto cizallamiento será ventajosamente de menos de 30 segundos, y preferiblemente entre 5 y 20 segundos.

Durante el período de reposo inactivo, el material espumado puede ser almacenado en tamboras, bandejas u otros contenedores, o en una correa que se mueve continuamente. La masa alcanza un volumen generalmente de 2 a 2,5 veces el volumen que tenía el material antes de ser espumado, usualmente en un tiempo relativamente corto, por ejemplo 15 minutos. Debido a las reacciones exotérmicas, tal como la hidratación del fosfato y la reacción de base y metafosfato, la mezcla está generalmente a una temperatura elevada durante por lo menos las primeras etapas del período de reposo; también puede ser aplicado calor externo. El material espumado puede ser guardado



11 AB

intranformado hasta que se vuelva rígido y preferiblemen
te hasta que se haya enfriado a una temperatura por deba
jo de 30°C. (por ejemplo después de 10 a 48 horas cuando
se encuentra en reposo en forma de masa no dividida al
5 aire.) Se puede usar un enfriamiento acelerado y la masa
puede ser subdividida, después de que se ha vuelto rígi-
da en su forma hinchada, para favorecer el enfriamien-
to.

La composición detergente hinchada, desmenuzable,
10 es luego disgregada, pasándola por un molino de jaula, o
un triturador manual, u otros, y luego preferiblemente
cribada a través de una criba, para dar partículas que
tienen diámetros en el margen de, por ejemplo, 0,25-2 mm.
(por ejemplo 0,4, 0,6 ó 1 mm.)

El contenido de humedad de las partículas puede ser
15 ajustado colocándolas en una atmósfera de secadora, a la
temperatura ambiente, o en un horno de secado; con este
propósito las partículas pueden ser suspendidas en una
corriente de aire caliente o colocadas en un tambor rota
20 torio a través del cual se pase aire caliente.

La mezcla puede contener otros ingredientes que
ayudan al procedimiento o imparten propiedades deseaa-
bles al producto final, o ambas cosas. Entre tales in-
gredientes se encuentran materiales orgánicos coloidales
25 con propiedades de suspensión de la suciedad, hidrotro-
pos, intensificadores de la espuma, mejoradores de deter
gencia, y cargas.

El material orgánico coloidal es preferiblemente
carboximetilcelulosa sodica la cual sirve no solamente
30 como un agente de suspensión de la suciedad durante el

11 ABR 19



5 lavado de las ropas con el producto detergente, sino que también tiene un efecto retardante deseable en la hidratación del tripolirosfato y contribuye a la estabilidad de la espuma. Otros materiales polímeros coloidales, solubles en agua, son el poli(alcohol vinílico) y los polímeros de vinilo ácidos tales como el anhídrido etileno-
maleico hidrolizado o co-polímeros de metilviniléter
10 anhídrido maleico o sus sales de metal alcalino. El material polímero puede estar presente en la mezcla en cantidades dentro del margen de 0,1 a 1%, por ejemplo. Las fórmulas usadas para preparar las partículas de estructura esponjosa como con marcas de viruela, también pueden incluir constituyentes sensibles al calor tales como perborato sódico o aminoóxidos, por ejemplo, un detergente
15 de aminoóxido terciario tal como laurildimetilaminoóxido, laurildihidroxietilaminoóxido, o n-hexa-decilmorfolinoóxido. La melamina puede ser incorporada para inhibir el ataque de las soluciones de lavado sobre el cobre o aleaciones que contengan cobre. Pueden estar presentes también en las composiciones de la presente invención abri-
20 llentadores ópticos, preservativos y similares, en las cantidades comúnmente usadas en las composiciones detergentes.

25 En las partículas de estructura esponjosa marcadas como con marcas de viruela, casi todas las oquedades tienen diámetros no mayores de 0,2 mm. y substancialmente ninguna de ellas tienen oquedades mayores de 0,6 mm. La densidad aparente de las partículas es generalmente menor de 0,45 gramos por centímetro cúbico por ejemplo, dentro
30 del margen de 0,3 a 0,4 g/cc. El contenido de humedad



de las partículas de estructura esponjosa como con marcas de viruela está generalmente dentro del margen de 15 a 35%, preferiblemente (después del secado, si se desea) del 15 al 25%.

5 Las enzimas que ayudan a la separación de la suciedad por las composiciones detergentes son bien conocidas. Enzimas particularmente útiles para su uso en la presente invención son las enzimas proteolíticas que son activas sobre la materia proteínica y catalizan la digestión o
10 degradación de tal materia cuando está presente en forma de manchas en la ropa blanca en una reacción de hidrólisis. Las enzimas son efectivas a un margen de pH entre 4 y 12, tal como usualmente prevalece en procedimientos de limpieza con detergentes. Sin embargo, pueden ser efectivas aún a temperaturas moderadamente altas siempre y cuando
15 la temperatura no las degrade. Algunas enzimas proteolíticas son efectivas hasta a 80°C. y más altas. También son efectivas a la temperatura ambiente y menor de 10°C. Ejemplos particulares de enzimas proteolíticas que pueden
20 ser usadas en la presente invención incluyen pepsina, tripsina, quimotripsina, papaína, bromelina, coleginasa, queratinasa, carboxilasa, aminopeptidasa, elastasa, subtilisina y aspergillopeptidasa A, y B. Las enzimas preferidas son las enzimas de subtilisin fabricadas y cultivadas
25 a partir de cepas especiales de esporas que forman bacterias, particularmente Bacillus subtilus.

Son también de interés las metaloproteasas que contienen iones divalentes tales como calcio, magnesio o zinc unidos a sus cadenas de proteína.

30 Las preparaciones de enzima son por lo general ex



tremadamente finas, a menudo polvos substancialmente im-
palpables. En una preparaci3n t3pica de enzima en polvo
el diámetro de part3cula es principalmente inferior a
0,15 mm., generalmente por encima de 0,1 mm.; por ejemplo,
5 tanto como el 75% del material pueda ser de 0,149 mm. o
más pequeño. Por otra parte, los gránulos secados por ato-
mizaci3n son usualmente de un tamaño de part3cula mucho
mayor, siendo la porci3n mayor de los gránulos de por lo
menos alrededor de 0,2 mm. de diámetro, por ejemplo de al-
10 rededor de 0,3 6 0,4, y aún 0,5, 1 6 2 mm.

Las preparaciones de enzima están generalmente di-
luídas con sales tales como sulfato de calcio y materia-
les inertes. Qu3micamente son t3picamente estables dentro
del pH de 5 a 10 y a un pH alcalino de 8,5 a 9 pueden so-
15 portar temperaturas de 49°C. a 77°C. con una descomposici3n
relativamente pequeña durante per3odos de tiempo que va-
r3an desde 2 horas a las temperaturas superiores a más de
1 d3a a las temperaturas inferiores. Las diferentes en-
zimas proteol3ticas tienen diferentes grados de efectiv-
20 dad en la ayuda a la separaci3n de manchas de los tejidos
y ropa blanca.

La cantidad de enzima en polvo llevada por las par-
t3culas esponjosas es usualmente tal que proporciona de
0,05 a 1,5 (preferiblemente alrededor de 0,1 a 0,8) uni-
25 dades Anson de proteasa por 100 gramos de detergente, por
ejemplo usualmente dentro del margen de 0,1 al 3%, pre-
feriblemente 0,2 a 0,8%.

Los siguientes ejemplos ilustran la invenci3n pero
no se deber3 interpretar como que la limitan. En estos
30 ejemplos, como en cualquier otra parte en esta aplicaci3n,



5 todas las proporciones son en peso a no ser que se especifique lo contrario. El término "densidad aparente" en estos Ejemplos y en cualquier otra parte de la presente especificación y reivindicaciones, se refiere al peso no consolidado por unidad de volumen del material en partículas como es cargado en un recipiente.

Ejemplo 1

10 Se preparan partículas de una estructura esponjosa como con marcas de viruela mezclando 610,1 partes de agua y 228,5 partes de sosa cáustica acuosa de 50°Bé, seguido por la adición de 96 partes de toluensulfonato sódico (conteniendo 95% de ingrediente activo, 2% de agua, 3% de diluyente inerte) y 1115,9 partes de ácido tridecibencenosulfónico (de cadena ramificada) (comprendiendo 15 96% de ingrediente activo, 2% de ácido sulfúrico, 1% de agua y 1% de sub-productos de sulfonación) mientras la temperatura de la mezcla se mantiene por debajo de 71°C. Después de completarse la reacción de neutralización, se añaden 20 440,2 partes de sulfato sódico anhidro, 49,4 partes de carboximetilcelulosa sódica en polvo, comercial, de 74% de ingrediente activo (y el resto diluyentes inertes solubles en agua), 4,6 partes de tintes fluorescentes (abrillantadores ópticos), 15 partes de Azul Ultramar y 25 0,2 partes de Azul Brillante Polar (tintes azules convencionales usados para colorear las composiciones detergentes) y 620,7 partes de silicato sódico acuoso (44,1% de sólidos, en los cuáles la proporción de Na₂O: SiO₂ es de 1:2) mientras se continúa mezclando para formar una lechada 30 uniforme a 54-57°C. Se añaden luego 1688,1 partes



5 da tripolifosfato pentasódico (Forma II anhidra) y la mezcla se mezcla rápidamente durante 1 minuto, después de lo cual se añaden 78,5 partes de peróxido de hidrógeno acuoso al 35% mientras se continúa mezclando a alta velocidad. Medio minuto después de la adición de H₂O₂ la pasta resultante es descargada en una vasija abierta, donde se mantiene durante media hora en una habitación caliente a una temperatura de 60°C.; durante este período, la pasta se hincha hasta alrededor de dos veces o más su volumen original. La pasta hinchada, después de reposar durante la noche a la temperatura ambiente, es desmoronada mecánicamente, cribada groseramente (a través de una criba de "malla 8" que tiene aberturas de 2,38 mm.), secada en un desecador de lecho flúido durante 10 minutos mientras se alimenta al secador aire caliente a una temperatura de 60°C. luego se criba a través de una criba de "malla 10" (que tiene aberturas de 2 mm.) y finalmente se criba en una criba de "malla 60" (que tiene una malla con aberturas de 0,25 mm.) para eliminar los finos. Las partículas tienen un contenido de humedad de 16,1%. El rendimiento de las partículas de 0,25-2 mm. es de 85%. La densidad aparente de las partículas es de 0,38 g/cc.

25 Las partículas son mezcladas con 1/2% de su peso de la preparación de enzima proteolítica subtilisin conocida como Alcalasa, la cual es un polvo fino que tiene su máxima actividad proteolítica a un pH de 8-9. Esta actividad medida a un pH de 7,5 en la preparación de enzima comercial disponible de Novo Industri A/S, Copenhagen, Dinamarca, es de alrededor de 1,5 unidades Anson por gramo de la enzima. La preparación comercial de enzima

30

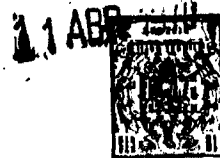


5 es un extracto crudo de un cultivo de bacillus subtilis
 y contiene alrededor de 6% de material proteolítico cris-
 talizado, puro. Su tamaño de partícula es tal que una
 proporción mayor de la misma pasa a través de un tamiz
 de malla 100 (U. S. Standard, correspondiendo a un diá-
 metro de partícula de 0,15 mm.). El mezclado puede ser
 llevado a cabo en cualquier equipo apropiado tal como un
 Mezclador de doble pared que comprende un par de tubos
 10 circulares cilíndricos coplanares que se intersectan en
 un ángulo de 75°, unidos juntamente y montados para su
 rotación alrededor de un eje horizontal de manera que du-
 rante la rotación la intersección de los tubos se mueve
 en un paso circular en un plano vertical; el material a
 ser mezclado llena parcialmente los tubos y el mezclado
 15 es efectuado por la rotación del dispositivo como se ha
 descrito arriba. (Otro dispositivo apropiado es una hor-
 migonera convencional, la cual comprende un barril hueco
 montado para su rotación alrededor de un eje inclinado).
 La preparación de enzima en polvo es distribuido sobre
 20 la superficie de las partículas esponjosas.

Ejemplo 2

25 Se preparan partículas esponjosas como sigue: Se
 prepara un sulfonato de olefina tratando un producto de
 reacción de alfa-olefina y SO₃ con ácido sulfúrico bajo
 condiciones substancialmente no hidrolizantes seguido por
 alcalización con álcali acuoso caliente como se describe
 más adelante.

30 El sulfonato de olefina es preparado haciendo reac-
 cionar continuamente SO₃ (6,4 kgs. por hora) con una ali



mentación de alfa-olefina (18,2 kgs. por hora) en una pro-
porción molar de 1:1, tratando luego la mezcla resultan-
te con SO_4H_2 acuoso al 90% (2,7 kgs. por hora) y luego
neutralizando con hidróxido de sodio acuoso caliente. La
5 alimentación de olefina usada contiene 88% de olefinas de
cadena recta terminalmente no saturadas, teniendo un pe-
so molecular promedio de 230 y una longitud de cadena
promedia de 15 a 18 carbonos (C_{15} -24%, C_{16} -29%, C_{17} -30%,
 C_{18} -17%, aproximadamente) y tiene un intervalo de ebulli-
10 ción a presión atmosférica de alrededor de 265-300°C.
(con 11% de residuo). El jarabe resultante tiene un con-
tenido de sólidos de 41% y un contenido de material anió-
nicamente activo de 35%.

Se mezclan 1629 partes de este jarabe, 57 partes de
15 agua y 144 partes de sosa cáustica acuosa de 50°Bé en un
mezclador de cuchilla sigma que tiene camisa refrigeran-
te. Luego se agregan 558 partes de un ácido tridecilben-
cenosulfónico al 96% (conteniendo 96% del ácido sulfóni-
co, 2% de H_2SO_4 libre, 1% de agua y 1% de material no
20 sulfonado), a la mezcla agitada mientras su temperatura
se mantiene en el intervalo de 49-60°C. Cuando se comple-
ta la neutralización del ácido alquilbencenosulfónico
resultante, se añaden 466 partes de sulfato sódico (anhi-
dro), 49 de un polvo que comprende carboximetilcelulosa
25 sódica con 74% de ingrediente activo, 4,6 partes de tin-
te fluorescente y 332 partes de silicato sódico al 82,5%,
sólido, finamente dividido (en el cual la proporción de
 $\text{Na}_2\text{O}:\text{SiO}_2$ es de 1:2) mientras se continúa mezclando, para
formar una lechada uniforme a 46°C. Luego se añaden 1688
30 partes de tripolifosfato pentasódico (Forma II anhidro)

1 1 APR 1970

y la mezcla se mezcla con una velocidad rápida durante un minuto, después de lo cual se añaden 71,4 partes de un peróxido de hidrógeno acuoso al 35% mientras se continúa un mezclado rápido. Medio minuto después de la adición del peróxido la pasta resultante es descargada desde el mezclador a una vasija abierta en donde es mantenida en reposo durante 15 minutos, en una habitación caliente que tiene una temperatura de 66°C.; durante este período la pasta se hincha de 2 a 2,5 veces su volumen original. La pasta hinchada, después de permanecer en reposo toda la noche a la temperatura ambiente, es desmoronada mecánicamente y cribada a través de una criba de "malla 10", que tiene aberturas de malla de 2 mm. El producto desmoronado, el cual constituye las partículas esponjosas antes mencionadas, contiene alrededor de 20,4% de humedad, 12% de un olefinsulfonato aniónicamente activo, y 12% de tridecilsulfonato sódico.

Las partículas resultantes (gránulos) son mezcladas, como en el Ejemplo I, con 1/2% de Alcalasa en polvo; el producto tiene el polvo de enzima distribuido sobre su superficie.

Ejemplo 3

En este Ejemplo las partículas esponjosas son fabricadas por un procedimiento en el cual la expansión de la mezcla es efectuada por medio de burbujas de vapor de agua generadas por un calentamiento interno.

Más particularmente, las partículas esponjosas son preparadas como sigue: Se mezclan 329 partes de agua, 231 partes de sosa cáustica de 50°Bé y 154 partes de to-

11 ABR



luensulfonato sódico en una paila con camisa. Luego se añaden 895 partes del ácido sultrónico descrito en el Ejemplo 1 y se mezclan, mientras se enfrían, hasta que la neutralización del ácido se completa. Se mezclan luego a fondo 197 partes de sulfato sódico anhidro y 40 partes de carboximetilcelulosa de sodio comercial, seguido de 498 partes del silicato sódico acuoso del Ejemplo 1, y después por unas pocas partes de Azul Brillante Polar (dispersado en una pequeña cantidad de agua). Luego se mezclan 1126 partes de trimetafosfato sódico (Monsante "IP-61") mientras la mezcla es calentada a una temperatura de 60°C. Se agregan luego 590 partes de sosa cáustica acuosa de 50°Bé mezclando a alta velocidad durante medio minuto, inmediatamente después de lo cual la mezcla se descarga en una vasija abierta en donde se hincha mientras que el vapor es liberado por la reacción del trimetafosfato y la cáustica. Después de dejar reposar durante la noche la mezcla es desmoronada mecánicamente, y cribada groseramente a través de una criba que tiene abertura de malla de 2,38 mm. Las partículas resultantes (gránulos) son mezcladas, como en el Ejemplo 1, con 1/2% de polvo de Alcalasa; el producto contiene el polvo de enzima distribuido sobre su superficie.

Ejemplo 4

En otra modificación, la proporción de la preparación de enzima usada en cada uno de los Ejemplos dados arriba es aumentada al 2% y las partículas recubiertas con enzima son mezcladas con tres veces su peso de una composición detergente reforzada para trabajo pesado, se



cada por atomización.

5 La presente solicitud que corresponde a la presentada en Estados Unidos de América, con fecha 31 de Mayo de 1.968, bajo el Nº 733.315, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

REIVINDICACIONES

10 Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de la presente solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

15 1.- Un procedimiento de preparar un producto detergente que comprende mezclar una preparación de enzima en polvo con partículas de una composición detergente de estructura substancialmente uniforme esponjosa, con marcas como de viruela, que contiene oquedades esferoidales y formada de agregados coherentes irregularmente conformados de un material amorfo y cristalino incluyendo plaquitas cristalinas no orientadas; llevando dichas partículas sobre su superficie dicha preparación enzimática en polvo.

20 2.- Un procedimiento según la reivindicación 1 en el cual dichas partículas esponjosas tienen diámetros de partículas de 0,25 a 2 mm.

25 3.- Un procedimiento según la reivindicación 2 en el cual dichas partículas esponjosas tienen densidades aparentes de menos de 0,45 gramos por centímetro cúbico.

11 ABR.



5 4.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3 en el cual dichas partículas esponjosas contienen del 2 al 65% de un detergente orgánico sintético, soluble en agua, y 10-75% de una sal inorgánica mejoradora de detergencia.

10 5.- Un procedimiento según la reivindicación 4 en el cual dichas partículas esponjosas tienen diámetros de partículas de alrededor de 0,25 a 2 mm. y densidades aparentes de alrededor de 0,3 a 0,4 gramos por centímetro cúbico.

15 6.- Un procedimiento según la reivindicación 5 en el cual la mayoría de las oquedades en dichas partículas esponjosas tienen un diámetro no mayor de 0,2 milímetros y substancialmente ninguna de dichas oquedades es mayor de 0,6 mm. de diámetro.

7.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6 en el cual dicha preparación de enzima contiene una enzima proteolítica.

20 8.- Un procedimiento según la reivindicación 7 en el cual dicha enzima proteolítica es activa a un pH de 9.

9.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8 en el cual la preparación de enzima en polvo constituye alrededor de 0,1 al 1% del producto.

25 10.- Un procedimiento de preparar un producto detergente.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, y para los fines que se han especificado.

11 ABR 1970



La presente Memoria consta de veinticinco hojas,
escritas a máquina por una sola de sus caras.

11 ABR. 1970

Madrid,

P. A.

Alberto de Maza
Por Poder