

402205

REF.: Case No B424 London

Int. Cl.²: C11D 16



NUMERO 402.205

# MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de una

PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: UNILEVER N.V.

RESIDENCIA: Museumpark 1, ROTTERDAM, Holanda

ENUNCIADO: UN METODO PERFECCIONADO DE FORMACION DE

CUERPOS REVESTIDOS CONTENEDORES DE PRE

CURSOS DISPERSABLES EN AGUA.

Prioridad: Patente britanica nº 12379/71 del 30-4-71  
l.a.

402205

- 2 -



1           Esta invención se refiere a composiciones detergentes y blanqueadoras. Con objeto de blanquear durante el ciclo de lavado, las composiciones detergentes contienen materiales blanqueadores.

5           Una clase de materiales blanqueadores que se utiliza es la que proporciona peróxido de hidrógeno en solución. Son ejemplos de esta clase el perborato sódico, el percarbonato sódico y urea-peróxido de hidrógeno. Un material comúnmente empleado es el perborato. Con objeto de aumentar el efecto  
10 blanqueador de, por ejemplo, el perborato a temperaturas inferiores a 60°C, se ha propuesto el llamado precursor de blanqueo como aditivo de las composiciones detergentes. Se cree que el precursor (como será denominado en adelante) reacciona con el peróxido de hidrógeno para formar una especie blanqueadora activa a estas temperaturas más bajas. Son  
15 ejemplos de precursores sólidos los anhídridos de ácido carboxílico, por ejemplo anhídrido succínico, benzoico y ftálico; ésteres de ácido carboxílico, por ejemplo acetoxibenzo-sulfonato sódico, fenilbenzoato sódico para-sulfonatado y  
20 ácido acetilsalicílico; amidas N-acil-sustituídas, por ejemplo tetraacetiletilen(o metilen)diamina y glicourilos.

          Siendo el precursor un material hidrolizable, necesitará ser protegido de los componentes acuosos y alcalinos de la composición detergente durante el almacenamiento. Esta  
25 protección también garantiza que el precursor no reacciona durante el almacenamiento con el compuesto liberador de peróxido de hidrógeno. Esta invención es de especial interés en la protección de los anhídridos y ésteres.

          Cualquier método de protección del precursor contra el  
30 ambiente alcalino debe permitir la disolución del mismo en

402205

- 3 -



27

1 el líquido de lavado. La liberación del precursor debe ser  
conseguida en un momento anterior al final del ciclo de la-  
vado con objeto de dar tiempo a que se produzca la fase de  
blanqueo. Así, con un ciclo de lavado a 40°C, utilizando co-  
5 mo precursor anhídrido ftálico, este debe ser completamente  
liberado por lo menos 5 minutos antes de terminar el ciclo  
de lavado. En adelante la invención describirá el tipo de  
materiales utilizados para conseguir la protección y el lec-  
tor observará como esta descripción puede ser modificada pa-  
ra dar las características de liberación deseadas. Cuando el  
10 precursor ha sido expuesto al líquido de lavado, normalmente  
es necesario que se disuelva lo más pronto posible, pero la  
protección puede ser seleccionada para liberar el precursor des-  
pués de un intervalo de tiempo seleccionado.

15 La invención proporciona una composición detergente en  
polvo que comprende un material liberador de peróxido de hi-  
drógeno y los cuerpos que contienen precursor, conteniendo  
como mínimo el 40 % en peso de precursor y con un diámetro  
de alrededor de 0,3 a 3,00 mm, que comprenden una capa cohe-  
20 rente protectora externa que rodea a una partícula de combi-  
nado dispersable que contiene un material precursor finamen-  
te dividido que atraviesa una malla de un tamaño de 0,15 mm  
aproximadamente, y un material portador.

25 Convenientemente el precursor es de un tamaño de partí-  
cula lo más pequeño posible y preferiblemente atraviesa un  
tamiz de 0,05 mm. Teniendo en cuenta las condiciones de ma-  
nipulación del polvo, el límite inferior efectivo es alrede-  
dor de 0,001 mm.

30 Preferiblemente el precursor se encuentra en una pro-  
porción del 60 % como mínimo en los cuerpos que contienen

402205

- 4 -



27 ABO

1 precursor. El límite superior práctico es alrededor del 80 %  
en peso.

5 Los componentes alcalinos de los que se desea proteger  
al precursor son, por ejemplo, silicatos y sales reforzantes  
como fosfatos. En algunos casos el material liberador de pe-  
róxido de hidrógeno es también alcalino, por ejemplo perborato  
sódico y percarbonato sódico. Por lo tanto, las composi-  
ciones definidas por la invención comprenden aquellas donde  
las propiedades alcalinas proceden del material liberador  
de peróxido de hidrógeno.

10 El término "polvo" comprende, por ejemplo, granulados,  
extruídos y partículas. El intervalo de tamaños de los cuer-  
pos que contienen el precursor está seleccionado de forma  
que no se segrega en la composición en polvo de un tamaño de  
partícula normal, es decir, con una distribución ancha infe-  
rior a 1 mm.

15 El detergente activo presente en la composición puede  
ser un solo agente activo o una mezcla de agentes activos.  
El agente activo puede estar seleccionado entre los grupos  
aniónico, catiónico, no iónico, anfótero y zwitteriónico.  
20 Son ejemplos los alcarilsulfonatos (v.g. dodecilbenzosulfo-  
nato), productos de la sulfonatación de olefinas, sulfatos  
de alcohol, alcoholes etoxilados y sales de metales alcali-  
nos de ácidos grasos de cadena larga (jabones). Otros agen-  
tes activos detergentes están descritos en las obras "Surfa-  
ce Active Agents and Detergents", volúmenes I y II por  
Schwartz, Perry y Berch (publicadas por Interscience).

25 También pueden encontrarse presentes reforzantes de la  
detergencia, por ejemplo fosfatos (v.g. tripolifosfato sódi-  
co, ortofosfato sódico), carbonatos y reforzantes orgánicos,  
30

402205



27

1 v.g. ácido nitrilotriacético y sus sales solubles en agua.

5 El término "alcalino" significa que la composición se disuelve en agua para dar una solución con un pH superior a 7 y preferiblemente comprendido entre 8 y 10. Estas alcalinidades se consiguen cuando la composición se utiliza a las concentraciones habituales en uso de 0,15 % a 0,6 % en peso/volumen.

10 La invención también se refiere a un método de formación de cuerpos que contienen precursor estables y dispersables en agua, adecuados para su inclusión en una composición detergente en la que el precursor pulverizado que atraviesa un tamaño de malla de 0,15 mm es configurado en partículas combinadas con un diámetro de 0,3 mm a 3,00 mm aproximadamente, junto con un material portador y las partículas combinadas son recubiertas para formar una capa coherente protectora externa.

15 El uso de un auxiliar de dispersión en combinación con un precursor finamente dividido garantiza la disolución rápida del precursor después que la partícula combinada ha sido expuesta al líquido de lavado.

20 Entonces el precursor reaccionará eficientemente con el peróxido de hidrógeno presente en el líquido.

25 La invención evita el contacto entre el precursor y los componentes alcalinos de la composición detergente que inicia la descomposición por formación de sales, habitualmente sales sódicas, de los ácidos correspondientes al precursor, v.g. benzoato, ftalato, succinato y acetato sódicos. Estas sales, al ser higroscópicas respecto a los hidratos de las sales inorgánicas normalmente presentes, introducen agua en el punto de la reacción inicial. En el caso de los anhídri-

30

402205

- 6 -



1 dos y ésteres de ácido, este agua produce un nuevo ataque  
que conduce a la penetración de todo el cuerpo que contiene  
el precursor. Las amidas son solamente atacadas por los álca-  
lis acuosos de forma que la reacción posterior solamente  
5 puede transcurrir con lentitud y, por lo tanto, puede ser  
insignificante.

10 En la solicitud de patente canadiense nº 676.777, con-  
cedida a la Pillsbury Company, se describen métodos de pro-  
tección de los anhídridos de ácidos carboxílicos contra el  
ambiente alcalino encontrado en una composición detergente.  
Aunque en esta memoria se reivindica una buena estabilidad  
de los anhídridos durante periodos de tiempo relativamente  
cortos, los productos no son totalmente satisfactorios debi-  
do a la lenta disolución del precursor en el líquido blan-  
queador o a la baja concentración de precursor en las pas-  
15 tillas protegidas. Esta baja concentración requiere unas al-  
tas dosis para conseguir una cantidad útil del precursor  
en el líquido de lavado.

20 En la memoria de la patente inglesa nº 907.358 (Noury)  
se describe el recubrimiento de un precursor, v.g. tetra-  
acetilmetilendiamina, con un material soluble en agua, v.g.  
un polietilenglicol. El producto de esta descripción, aun-  
que está protegido del ambiente, presenta una lenta veloci-  
dad de disolución.

25 En la memoria de la patente inglesa nº 1.204.123 se  
describe un método de protección de un coadyuvante en com-  
posiciones detergentes. Esta invención describe el medio es-  
pecífico requerido para proteger los precursores sólidos en  
este ambiente.

30 Esta invención proporciona protección de los precursor-

402205

- 7 -



27

1

res al mismo tiempo que da buenas características de disolución.

5

El precursor sólido puede ser mezclado primero con un material portador para formar partículas combinadas con los componentes distribuidos uniformemente en la masa. Aunque no es esencial, un exceso de material portador en la superficie de la partícula proporciona una protección adicional. Las partículas son después recubiertas por un material de recubrimiento para formar una capa externa protectora coherente.

10

Aunque se considera un procedimiento en dos etapas, la invención también considera la formación del cuerpo en un proceso en una sola etapa para producir un cuerpo con el mismo material como portador y como capa protectora externa.

15

Las partículas son preferiblemente dotadas de forma esférica durante o antes del proceso de recubrimiento para conseguir un espesor constante del mismo. La presencia de un espesor constante en la capa de recubrimiento garantiza la liberación durante un periodo de tiempo corto y controlable.

20

Además del uso de un cuerpo conteniendo el precursor en una formulación detergente, la invención contempla el uso de este cuerpo en mezcla con un compuesto liberador de peróxido de hidrógeno alcalino con una cantidad relativamente pequeña de agente activo detergente. Esta composición sería utilizada como preparado blanqueador independiente.

25

El material portador, que puede ser una mezcla, debe ser manejable para configurar una forma, en mezcla con el precursor, por ejemplo en un proceso de extrusión, un proceso de formación de esferas o un proceso de granulación.

30

402205

- 8 -

27



1 Los materiales portadores deben ser inertes a las tem-  
peraturas ambientes, es decir, no deben reaccionar con el  
precursor ni ser disolventes del mismo. El material portador  
también debe ser soluble o dispersable (si es necesario me-  
5 diante un auxiliar de dispersión) en la solución detergente  
acuosa.

10 El material portador puede ser un líquido. En este ca-  
so la partícula combinada puede ser preparada por simple  
mezcla del precursor con el material líquido. Las partícu-  
las pueden ser formadas en un proceso independiente después  
de que se ha formado la mezcla o durante el proceso de mez-  
cla. Los solicitantes han encontrado que un precursor puede  
ser mezclado con un material portador líquido para producir  
partículas combinadas en un proceso en una etapa utilizando  
15 una máquina denominada "Marumeriser" fabricada por Fuji  
Paudal KK (anteriormente Fuji Denki Kogyo KK). Una máquina  
"Marumeriser" comprende un cilindro vertical liso con una  
placa rotatoria dotada de aspereza en su base. La rotación  
de la placa de base puede producir la granulación de un pol-  
20 vo por adición de un aglutinante (material portador líqui-  
do). Esta placa de base puede ser dotada de aspereza, por  
ejemplo, mediante ranuras o por arenado. La máquina también  
da forma esférica a los extruídos, que son rotos en trozos  
con una longitud aproximadamente igual a su diámetro duran-  
25 te la formación de las esferas y recubrir las partículas es-  
féricas. Se ha encontrado, por ejemplo, que el anhídrido  
ftálico puede ser configurado en partículas combinadas uti-  
lizando parafina líquida y laurilsulfato sódico como mate-  
rial portador.

30 El material portador (que puede ser una mezcla) no de-

402205

- 9 -



1 be ser higroscópico en las condiciones de almacenamiento.  
Los materiales adecuados que son utilizables como compo-  
nentes en los materiales portadores son las parafinas y  
ciertos ácidos y ésteres grasos de cadena larga, v.g. ácido  
5 láurico, dodeciltalato sódico hidrógeno y dodecilsuccinato  
sódico hidrógeno. En general, se prefieren los ácidos y és-  
teres con longitudes de cadena superiores a C<sub>8</sub>. En el ma-  
terial portador pueden incluirse auxiliares dispersantes  
específicos pero algunos componentes, por ejemplo las para-  
10 finas, solamente pueden ser utilizados con un auxiliar dis-  
persante. Estos auxiliares favorecen la dispersión del pre-  
cursor en el líquido de lavado cuando la partícula combina-  
da es expuesta después de la disolución de la capa protecto-  
ra externa. Son ejemplos de agentes dispersantes adecuados  
15 los alquilsulfatos de sodio, alquilarilsulfonatos de sodio  
y olefinsulfonatos de sodio.

El material de recubrimiento empleado para formar la  
capa protectora debe ser capaz de formar una capa coherente  
sobre la partícula combinada. Es necesaria una capa coheren-  
te para evitar que el álcali acuoso se ponga en contacto con  
20 el precursor. La capa protectora externa, es decir el mate-  
rial de recubrimiento y el plastificante opcional, no debe  
ser delicuescente y preferiblemente debe tener una baja per-  
meabilidad al vapor de agua.

25 Los materiales de recubrimiento adecuados son alcohol  
polivinílico, poliacrilamida, ciertos copolímeros de ácido  
acrílico, ácido metacrílico o anhídrido maleico (los homo-  
polímeros de estos materiales son higroscópicos y no deben  
ser empleados), almidón y sus modificaciones y derivados,  
30 por ejemplo dextrinas y almidones de baja viscosidad, éte-

402205



1 res celulósicos solubles en agua como metilcelulosa, hidro-  
xietilcelulosa, gelatina y gomas solubles en agua como goma  
arábica y goma tragacanto; se prefiere la dextrina o la sa-  
carosa.

5 La elección de plastificantes para estos materiales de-  
penderá del material de recubrimiento seleccionado. Cuando  
es necesario un plastificante, puede ser un derivado de  
urea, un alcohol polihídrico como glicerol, etilenglicol,  
propilenglicol, hexilenglicol, ciertos ésteres de ácidos  
10 dibásicos, v.g. ftalato de dibutilo, maleato de dioctilo,  
succinato de dihexilo y de ácido fosfórico, v.g. fosfato de  
tri-terc-butoxietilo. La proporción de plastificante requere-  
cida es tal que se obtenga un recubrimiento coherente en to-  
das las condiciones de almacenamiento.

15 El espesor de la capa protectora está seleccionado pa-  
ra dar la estabilidad deseada en almacenamiento y poder con-  
trolar las propiedades de liberación requeridas en el lí-  
quido de lavado. Es necesario que la capa protectora tenga  
una resistencia a la tracción suficiente para resistir a  
20 los daños causados durante cualquiera de los procesos impli-  
cados en la mezcla del precursor recubierto con el polvo de-  
tergente y en el embalaje y transporte del producto.

A continuación damos unos ejemplos que ilustran la in-  
vención junto con ejemplos comparativos.

25 EJEMPLO 1

Una mezcla de 69 partes de anhídrido ftálico pulveriza-  
do, que atraviesa una malla de un tamaño de 0,15 mm, 29 par-  
tes de ácido láurico y 2 partes de ácido graso del coco to-  
talmente endurecido, se extruye a través de una rejilla de  
30 1 mm. Los fideos producidos son dotados de forma esférica

402205



1 en una máquina "Marumeriser" con una placa de base ranurada  
de 23 cm de diámetro, para producir partículas esféricas la  
mayoría de las cuales tienen un diámetro de 1 mm aproxima-  
damente. En la máquina "Marumeriser" se recubren alrededor  
5 de 500 g de las esferas preparadas, utilizando una placa de  
base dotada de una ligera aspereza, con 250 ml de una solu-  
ción acuosa que contiene 25 g de alcohol polivinílico con  
un peso molecular de 14.000 (producido por hidrólisis al  
88 % de poli(acetato de vinilo)) y 12,5 g de laurilsulfato  
10 sódico. Se dirige una corriente de aire caliente al lecho  
para efectuar el secado. Se ha encontrado que el anhídrido  
es liberado muy rápidamente en una solución alcalina acuosa  
agitada (pH 10) a 40°C y su disolución es casi completa al  
cabo de 20 minutos.

15 Se mezclan 15 partes del anhídrido ftálico recubierto  
con 85 partes de la base detergente, de la siguiente compo-  
sición:

<u>Polvo de base detergente</u>	<u>%</u>
Agente activo detergente (una mezcla de alquil- benzosulfonato, alcohol de sebo-18 OE y jabón de sebo)	16,0
Silicato sódico	13,0
Sulfato sódico	11,0
Tripolifosfato sódico	34,0
Agua (como hidrato en los materiales inorgáni- cos)	14,0
25 Tetrahidrato de perborato sódico	<u>12,0</u>
	100,0

30 Después de almacenar en una vasija de vidrio hermética-  
mente cerrada durante 3 semanas a 37°C, permanece el 59 %  
del anhídrido ftálico original (determinado por RMN). En  
un ensayo de control utilizando un anhídrido no protegido,

402205

- 12 -



1 la totalidad del precursor se pierde durante este periodo.  
Las esferas recubiertas son ensayadas para determinar  
la continuidad de la capa protectora empapándolas durante  
10 minutos en unos 5 cc de acetona, que es un disolvente  
5 del anhídrido ftálico pero no del material recubriente. Algunas gotas de la acetona se evaporan en un porta de vidrio y el examen del porta en un microscopio revela que no se han depositado cristales de anhídrido ftálico cuando la acetona se ha evaporado.

10 EJEMPLO 2 (comparativo)

Este ejemplo muestra la preparación de un cuerpo que contiene precursor con buenas propiedades de almacenamiento pero malas propiedades de liberación.

15 En una bandeja giratoria de un recubridor de banco se colocan 300 g de gránulos de anhídrido ftálico que atraviesan un tamaño de malla de 2 mm y son retenidos sobre 1 mm. El lecho volteador de los gránulos de anhídrido se rocía con 300 ml de una solución acuosa que contiene 30 g de alcohol polivinílico de peso molecular 14.000 (este polímero es producido por hidrólisis de poli(acetato de vinilo) hasta el 88 %) y 15 g de laurilsulfato sódico, que sirve como auxiliar para humedecer la superficie del anhídrido así como para facilitar la dispersión en la solución de lavado. La operación de rociada se lleva a cabo lentamente, secando el lecho continuamente con aire caliente para evitar la aglomeración de los gránulos. Las trazas finales de agua se eliminan con el aire caliente.

25 Se mezclan 15 partes del anhídrido ftálico recubierto con 85 partes del polvo de base detergente citado en el Ejemplo 1 y se almacera a 37°C en un matraz de vidrio hermético.

30

402205

- 13 -



27

1 ticamente cerrado. A intervalos de una semana se analiza el  
anhídrido ftálico en el polvo y no puede detectarse pérdida  
del anhídrido al cabo de 4 semanas. En un experimento de  
control utilizando gránulos de anhídrido no recubierto, la  
5 descomposición completa se produce dentro de 2 semanas.

La naturaleza irregular de los gránulos de anhídrido  
ftálico produce una falta de uniformidad en el espesor del  
recubrimiento. La liberación del anhídrido a la solución  
alcalina acuosa (pH 10) a 40°C comienza casi inmediatamente  
10 pero debido al gran tamaño de partícula del anhídrido, la  
liberación es lenta y son necesarios más de 60 minutos pa-  
ra que todo el anhídrido pase a la solución.

EJEMPLO 3 (comparativo)

Este ejemplo muestra que la extrusión y la esferifica-  
15 ción del anhídrido ftálico con un sistema portador adecuado  
produce cierta mejora de la estabilidad, aunque no suficien-  
te.

Una mezcla de 75 partes de anhídrido ftálico (que atra-  
viesa un tamaño de malla de 0,15 mm), 12,5 partes de lau-  
rilsulfato sódico y 12,5 partes de ácido láurico se extru-  
20 ye a través de un tamiz de 1,5 mm. Los fideos producidos  
son dotados de esfericidad en una máquina "Marumeriser"  
Q 230, con una placa de base ranurada de 23 cm de diámetro,  
a 35°C. Las esferas tienen un diámetro de 1,5 mm aproxima-  
damente.

25 El anhídrido es casi completamente liberado en una so-  
lución tensoactiva alcalina acuosa agitada (pH 9,5) a 40°C  
dentro de 10 minutos. Las esferas no recubiertas son almace-  
nadas en cajas de cartón estratificadas en el mismo polvo de  
base detergente que en el Ejemplo 1 a 37°C y 70 % de hume-  
30

402205

- 14-



1 dad relativa. Se produce una descomposición del 50 % del  
anhídrido en 18 días.

EJEMPLO 4

5 Este ejemplo muestra un almacenamiento aceptable debi-  
do a un recubrimiento coherente de alcohol polivinílico.

10 Se vuelven a cargar 500 g de las esferas producidas en  
el Ejemplo 3 en la máquina "Marumeriser" provista de una  
placa de base dotada de ligera aspereza, que funciona a  
350 rpm. Se añaden gota a gota 470 ml de una solución acuosa  
que contiene 70 g del alcohol polivinílico utilizado en el  
Ejemplo 1 sobre el lecho móvil de esferas, a lo largo de un  
periodo de 2 horas, secando el lecho continuamente con aire  
caliente.

15 La continuidad del recubrimiento es determinada remo-  
jando 1 g de las esferas durante 10 minutos en 10 cc de  
1,4-dioxano, que es un disolvente del anhídrido ftálico pe-  
ro no del alcohol polivinílico. Se evaporan algunas gotas  
del dioxano sobre un porta de vidrio y el examen del porta  
en el microscopio no revela cristales de anhídrido ftálico.

20 Después de almacenar durante 3 meses en un polvo de  
base detergente a 37°C y 70 % de humedad relativa en cajas  
de cartón estratificadas, solamente se descompone el 3 %  
del anhídrido ftálico original. El 90 % del anhídrido ftáli-  
co se disuelve en una solución acuosa agitada al cabo de  
25 22 minutos a 40°C (pH 10).

EJEMPLO 5

30 Se cargan 500 g de las esferas producidas en el Ejem-  
plo 3 en la Marumeriser provista de una placa de base do-  
tada de ligera aspereza, que se pone en movimiento a 350 rpm.  
Durante un periodo de 15 minutos se vierten sobre el lecho



27 AGO 1958

1 rodante de gránulos 74 ml de una solución acuosa que con-  
tiene 34,7 g de dextrina amarilla calidad Encapsul (obteni-  
ble de la Iaing National Starch Ltd., Manchester) y 10,4 g  
de glucosa, mientras que se espolvorea intermitentemente  
5 con Alusil (una alúmina-sílice obtenible de la J. Crossfield  
& Sons Ltd., Warrington) (peso total empleado = 30,7) g pa-  
ra retener las propiedades de libre fluidez del leche.

Después las esferas se descargan en un secadero de le-  
cho fluído donde el agua utilizada para aplicar la solución  
es eliminada a 40°C.

10 Después de almacenar durante 3 meses a 37°C y 70 % de  
humedad relativa en cajas de cartón estratificadas en el  
polvo de base detergente, solamente se ha descompuesto el  
7 % del anhídrido ftálico original. El 90 % del anhídrido  
ftálico se disuelve en una solución acuosa agitada al cabo  
15 de 8 minutos a 40°C (pH 10).

EJEMPLO 6

Una mezcla de 80 partes de anhídrido ftálico (que atra-  
viesa un tamaño de malla de 0,15 mm), 10 partes de lauril-  
sulfato sódico y 10 partes de parafina líquida se extruye  
20 a través de un tamiz de 0,8 mm. Los fideos producidos son  
dotados de forma esférica en la máquina Marumeriser a la  
temperatura ambiente, utilizando la placa de base ranurada,  
después se recubren 500 g de las esferas obtenidas en la  
Marumeriser, utilizando una placa de base dotada de ligera  
25 aspereza, en la forma descrita en el Ejemplo 5. Las esferas  
tienen un diámetro de 0,8 mm aproximadamente.

En una solución acuosa agitada a 40°C (pH 10), el 90 %  
del anhídrido se disuelve dentro de 9 minutos. Después de  
30 almacenar durante 3 meses a 37°C y 70 % de humedad relativa

402205

- 16 -



1 en el polvo de base detergente en cajas de cartón estratificadas, solamente se descompone el 10 % del anhídrido ftálico original.

EJEMPLO 7

5 Una mezcla de 75 partes de tetraacetiletildiamina (TAED), que atraviesa un tamaño de malla de 0,10 mm, 20 partes de laurilsulfato sódico y 5 partes de dodecilsuccinato sódico hidrógeno, se extruye a través de una rejilla de 10 0,8 mm. Los fideos producidos son dotados de forma esférica utilizando una placa de base ranurada en una Marumeriser a la temperatura ambiente. Después, utilizando una placa de base dotada de ligera aspereza, se recubre 1 kg de las esferas con 112 ml de una solución acuosa que contiene 51 g de 15 dextrina amarilla calidad Encapsul y 15,2 g de urea, agregando esta solución al lecho rodante de partículas durante un periodo de 8 minutos mientras se espolvorea con Alusil (peso total empleado = 90 g) para mantener las propiedades de libre fluidez del lecho. Las esferas tienen un diámetro de 0,8 mm aproximadamente.

20 Se disuelve el 90 % de la TAED en una solución acuosa agitada que contiene perborato sódico a 40°C (pH 10) dentro de 3,5 minutos. (Compárese este tiempo con los 10 minutos para el polvo de TAED no protegido). Después de almacenar durante 3 meses en el polvo de base detergente a 37°C y 70 % de humedad relativa en cajas de cartón estratificadas, no 25 se observa ninguna descomposición.

EJEMPLO 8

30 Se cargan en la Marumeriser, provista de la placa de base ranurada, 800 g de anhídrido ftálico (que atraviesa un tamaño de malla de 0,15 mm) y 100 g de laurilsulfato sódico.

402205

- 17 -



1 La máquina se pone en movimiento a 1200 rpm y sobre el le-  
cho de polvo móvil se vierten 100 g de parafina líquida. Al  
cabo de 5 minutos, los gránulos de forma esférica produci-  
dos se descargan, se tamizan y se recoge la fracción que  
5 atraviesa la malla de 1,2 mm y es retenida sobre la malla  
de 0,6 mm. De nuevo se introducen 500 g de estos gránulos en  
la Marumeriser provista de la placa de base ligeramente ás-  
para y se recubre en la forma descrita en el Ejemplo 5.

10 En una solución acuosa agitada a 40°C (pH 10), se di-  
suelve en 8 minutos el 90 % del anhídrido. Después de alma-  
cenar durante 3 meses en un polvo de base detergente a 37°C  
y 70 % de humedad relativa en cajas de cartón estratificadas,  
solamente se descompone el 8 % del anhídrido ftálico origi-  
nal.

15 Los métodos por los cuales son seleccionados el mate-  
rial portador y el material de recubrimiento se dan a con-  
tinuación.

#### Métodos de ensayo

##### 1. Materiales portadores

20 Para determinar las interacciones entre el precursor y  
el material portador propuesto, se coloca una mezcla íntima  
de los dos en las proporciones anticipadas en un tubo de en-  
sayo de extremo abierto. Este a su vez se coloca en el inte-  
rior de una vasija mayor que contiene el polvo detergente  
25 de forma que la mezcla de portador/precursor no se pone en  
contacto con el polvo detergente sino que está abierta a la  
atmósfera dentro de la vasija externa. La vasija externa se  
cierra herméticamente para aislarla de la atmósfera exterior  
y se almacena a las temperaturas anticipadas para el produc-  
to. Semanalmente se toman muestras de la mezcla para su aná-

30

402205



1 lisis. Cualquier interacción es detectada por una pérdida del precursor.

2. Materiales de recubrimiento

5 (a) Un ensayo preliminar para determinar si un material de recubrimiento forma una película coherente es el realizado de la siguiente forma:

10 Se prepara una solución del material de recubrimiento, conteniendo cualquier plastificante adecuado que pueda ser necesario, y se sumerge en esta solución un porta de vidrio que después se deja escurrir. A continuación el porta se seca en una corriente de aire caliente y en la película que se deposita se examina la presencia de grietas u otros defectos.

15 (b) La coherencia del recubrimiento después de su aplicación a la partícula combinada se determina de la siguiente forma:

20 Se introduce 1 g de las partículas recubiertas en 100 ml de un disolvente del precursor que al mismo tiempo no es disolvente ni agente de hinchamiento del material de recubrimiento. Al cabo de 10 minutos se recoge una gota del disolvente y se evapora a sequedad sobre un porta de vidrio. El porta es examinado bajo un microscopio óptico para observar la deposición del precursor a medida que se evapora el disolvente. Si el recubrimiento es coherente, no se observa esta deposición.

25 En resumen, la Patente de Invención que se solicita deberá recaer sobre las siguientes:

402205



1

REIVINDICACIONES

5

1. Un método perfeccionado de formación de cuerpos revestidos contenedores de precursor dispersables en agua, que contienen al menos el 40% en peso de precursor, adecuados para su incorporación en una formulación de detergente alcalino en polvo, que contiene un material liberador de peróxido de hidrógeno, caracterizado por que comprende las etapas de:

10

i) mezclar material precursor finamente dividido que atraviesa un tamaño de malla de 0,15 mm, con un material portador para formar una mezcla que puede ser trabajada, a través de la cual se distribuye el material precursor de manera sustancialmente uniforme.

15

ii) formar la mezcla en partículas combinadas, y  
iii) recubrir las partículas individualmente con una capa protectora coherente para formar cuerpos contenedores de precursor de un diámetro comprendido entre unos 0,3 mm y unos 3,00 mm.

20

2. Método según la reivindicación 1, en el que la partícula combinada se forma a partir de la mezcla por un procedimiento que incluye una operación de extrusión.

25

3. Método según las reivindicaciones 1 ó 2, en el que la partícula combinada se forma a partir de la mezcla por un procedimiento que incluye una operación para dotarlas de una configuración esférica.

30

4. Método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores en el que los cuerpos contienen por lo menos el 60% en peso del precursor.

5. Método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que se incluye en la mezcla de precur-

402205



1

sor y material portador un auxiliar de la dispersión.

6. Método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que los cuerpos contenedores de precursor tienen un diámetro de 0,5 mm a 1,5 mm aproximadamente.

5

7. Método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el material precursor atraviesa un tamaño de malla de unos 0,05 mm.

10

8. Método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el material precursor es un anhídrido de ácido sólido.

9. Método según la reivindicación 8, en el que el anhídrido de ácido se selecciona entre el grupo formado por anhídrido succínico, anhídrido ftálico, y anhídrido benzoico.

15

10. Método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en él que el precursor es una amida N-acil sustituida.

11. Método según la reivindicación 10, en el que la amida N-acil sustituida es tetraacetiletildiamina.

20

12. Método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el material portador es dodecilsuccinato de hidrógeno ó ácido láurico.

13. Método según cualquiera de las reivindicaciones 5 a 12, en el que el auxiliar de la dispersión es lauril-sulfato sódico.

25

14. Método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que las partículas combinadas son recubiertas de dextrina plastificada con sacarosa, urea, o glucosa.

30

15. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la patente de invención que se solicita

ME

402205

- 21 -

16 MAY



1 por: UN METODO PERFECCIONADO DE FORMACION DE CUERPOS REVES  
TIDOS CONTENEDORES DE PRECURSOR DISPERSABLES EN AGUA.

5 Todo conforme queda descrito y reivindicado en  
la presente memoria descriptiva que consta de veintiuna  
páginas mecanografiadas.

Madrid, 28 de abril de 1.972

BERNARDO UNGRIA

P.P.

10

15

20

25

30