

PATENTE DE INVENCION

P&G Case 1767.

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C.
CLASE _____
SUBCLASE _____

40 4271

13



Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE PERLAS CONTENIENDO
ENZIMAS.

=====

Solicitante THE PROCTER & GAMBLE COMPANY, entidad norteamericana,
residente en 301 East Sixth Street, Cincinnati, Ohio
45202, EE.UU. de A.

=====

Int. Cl. ² B01J 11/04

5. Esta invención se relaciona con un procedimiento para la producción de un material, que denominaremos en esta Memoria como perlas, que contiene una enzima y un material normalmente sólido. Las perlas tienen una utilidad particular como componente de una composición de lavado.



Las enzimas son de sobra conocidas y han sido utilizadas durante muchos años como auxiliares de la limpieza. Las enzimas se utilizan o bien en un producto de prelavado destinado a preparar al género sucio para una detergencia más efectiva cuando los géneros se someten a una operación de lavado convencional, o bien como componente de una formulación detergente que contiene los ingredientes de limpieza convencionales. Las enzimas adecuadas para dichos empleos de lavandería se producen normalmente en forma pulverulenta. A causa de que las enzimas se encuentran en dicha forma, resultan duras de manejar, difíciles de medir y, como en algunos artículos se ha indicado, puede representar un problema de higiene.

Además de los inconvenientes anteriores de las enzimas pulverulentas, existen otras desventajas asociadas con las enzimas en polvo en un producto de lavandería granulada. Por ejemplo, las enzimas en polvo tienen la tendencia a segregarse de los otros componentes del producto de lavandería. La incompatibilidad de las enzimas con otros componentes normalmente incluidos en el producto de lavandería y la humedad, constituye otro problema asociado con los detergentes que contienen enzimas. Por estas razones, algunos productos de lavandería de la técnica anterior han intentado aliviar o eliminar los problemas anteriores, encapsulando las enzimas con un material compatible. Al actuar de esta forma, la enzima está menos expuesta a la humedad y a los otros componentes de la composición de lavado y es menos probable que cause un problema de higiene. La razón de esta última ventaja consiste en que el material de encapsulación aísla a la enzima disminuyendo la cantidad de

404271

- 3 -



enzima que está libre como "polvo". Sin embargo, un inconveniente encontrado con dichas enzimas encapsuladas ha consistido en el color oscuro inaceptable asociado con dichos materiales. Igualmente, las perlas que pueden tener una

5. densidad más elevada que las composiciones detergentes secadas por aspersión con las cuales se mezclan ulteriormente, tienden a segregarse de las composiciones detergentes durante la fabricación, transporte y almacenamiento. Generalmente, la enzima es una sustancia mate de color oscuro y el material encapsulante es de naturaleza translúcida, de forma

10. que el material enzimático encapsulado es del mismo color oscuro mate que la enzima misma. A pesar de que esto no puede afectar al comportamiento de la composición detergente que contiene la enzima encapsulada, crea en realidad una

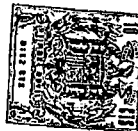
15. impresión desfavorable para el ama de casa. En consecuencia, algunas de las enzimas encapsuladas de la técnica anterior, han incluido dentro de las mismas un material colorante inerte, por ejemplo, dióxido de titanio, para mejorar su apariencia. Se cree, que ciertas limitaciones, tales como

20. el descubrimiento del material colorante inerte apropiado y una etapa adicional de manipulación del material, han perturbado el empleo de colorantes como una solución para dar un color mate, oscuro, no atractivo de las enzimas encapsuladas.

25. Por consiguiente, constituye un objeto de esta invención producir materiales que contienen enzimas dotados de una apariencia agradable.

Más específicamente, constituye un objeto de esta invención producir una perla que contiene enzima dotada de

30. una apariencia agradable mediante un nuevo procedimiento.



Otro objeto más de esta invención consiste en producir una perla que contiene enzima dotada de un color agradable que es atribuible a la estructura física de la perla. Otro objeto de la invención consiste en proporcionar perlas que contienen enzimas de densidad controlada.

5.

Estos y otros objetos serán evidentes a partir de la siguiente descripción.

De acuerdo con la invención, el procedimiento para la producción de perlas que contienen enzimas, dotadas de un color claro agradable y de una densidad reducida, atribuibles a la estructura física de las perlas, teniendo cada una de dichas perlas una forma prácticamente esférica dotada de una superficie exterior sustancialmente lisa y una superficie interior porosa, comprende las etapas de:

10.

15.

(a) calentar un material translúcido normalmente sólido a una temperatura suficiente para fundir el material pero insuficiente para destruir la actividad de una enzima;

20.

(b) mezclar con el material fundido una enzima al objeto de formar una lechada que tiene, dispersado dentro de la misma, de 5 a 50 % de la enzima en peso total;

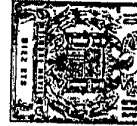
25.

(c) inyectar un gas inerte en la lechada para formar dentro de la misma una dispersión uniforme de dicho gas; y

(d) formar perlas a partir de la lechada de la etapa (c). Las perlas resultantes son mucho más claras de color que las perlas fabricadas por el mismo procedimiento pero sin la etapa de inyección del gas inerte y, en consecuencia, tienen una apariencia más agradable. El color agradablemente claro de las perlas es atribuible a su única estructura física en donde cada perla tiene una forma prácticamente esférica y dotada de una superficie exterior sustan-

30.

404271-5 -



cialmente lisa y una superficie interior porosa. Las perlas fabricadas mediante este procedimiento son capaces de mezclarse con las composiciones de limpieza granuladas, para producir productos de libre fluencia con buena estabilidad y color.

5.

El procedimiento de esta invención produce una perla de color claro que comprende una enzima y un material translúcido normalmente sólido, teniendo dichas perlas una densidad reducida.

10.

Las enzimas útiles en esta invención pueden ser cualquiera de las enzimas normalmente empleadas en las composiciones detergentes. Específicamente, las enzimas útiles en esta invención se describen en la patente USA No. 3.519.570 (indicándose ésta como referencia exclusivamente).

15.

Las enzimas apropiadas para ser empleadas son aquellas que son activas en una gama de pH de 4 a 12 y, preferiblemente, aquellas que son activas en la gama de pH de 7 a 11, y a una temperatura del orden de 10 a 85°C, con preferencia de 21 a 76,6°C.

20.

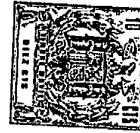
Las enzimas comercialmente disponibles son en general productos pulverulentos secos que comprenden de 2 a 80 % aproximadamente de enzimas activas en combinación con un vehículo en polvo inerte, tal como sulfato sódico o cálcico, cloruro sódico, arcilla o almidón, en una proporción

25.

para completar el restante 98-20 %. Tal como se emplea en esta Memoria, el término "enzima" se refiere a los productos enzimáticos antes mencionados, es decir, a los productos que contienen de 2 a 80 % de enzima activa, aproximadamente.

30.

En las formas preferidas de esta invención, la enzima comprende una enzima proteolítica, enzima amilasa o



mezclas de las mismas. Ejemplos de enzimas proteolíticas que pueden ser empleadas en la presente invención, son pepsina, tripsina, quemotripsina, papaina y bromelina. Las enzimas particularmente preferidas son las subtilisinas fabricadas y cultivadas a partir de cultivos especiales de bacterias formadoras de esporas, por ejemplo, Bacillus Subtilis. Una amilasa bacteriana del tipo alfa, constituye un ejemplo de una enzima amilasa que puede estar presente bien sola o bien en combinación con una enzima proteolítica, en la presente invención.

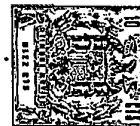
Las perlas producidas por esta invención incluyen además de las enzimas antes mencionadas, un material translúcido normalmente sólido. Más específicamente, en los materiales translúcidos normalmente sólidos de esta invención, funden o licúan a temperaturas comprendidas entre 43,3 y 93,3°C, preferiblemente entre 47,7 y 65,5°C. En el contexto de la presente invención, resulta adecuada una amplia variedad de materiales que satisfacen los criterios anteriores y que son compatibles con las enzimas de esta invención. Preferiblemente, los materiales son solubles en agua o dispersables en agua. Particularmente, se prefieren los materiales no iónicos.

Ejemplos específicos de materiales adecuados para utilizarse en esta invención, son:

(1) Los productos de condensación de 1 mol de un ácido carboxílico saturado o insaturado, de cadena recta o ramificada, que tiene de 10 a 18 átomos de carbono aproximadamente, con 20 a 50 moles aproximadamente de óxido de etileno, que licúan a temperaturas comprendidas entre 43,3 y 93,3°C aproximadamente, y que son sólidos a temperaturas



- inferiores a 43,3°C. La mitad ácida puede consistir en mezclas de ácidos de la anterior gama de átomos de carbono o puede consistir en un ácido que tiene un número específico de átomos de carbono dentro de esta gama. El producto de
5. condensación de 1 mol de ácido graso de coco que tiene la distribución de longitud de cadena carbonada, aproximada, de 2 % C₁₀, 66 % C₁₂, 23 % C₁₄ y 9 % C₁₆ con 35 moles de óxido de etileno, constituye un ejemplo específico de un material no iónico que contiene una mezcla de mitades ácido
10. graso de distinta longitud de cadena. Otros ejemplos específicos de materiales no iónicos de este tipo, son: los productos de condensación de 1 mol de ácido palmítico con 40 moles de óxido de etileno; el producto de condensación de 1 mol de ácido mirístico con 35 moles de óxido de etileno;
15. el producto de condensación de 1 mol de ácido oléico con 45 moles de óxido de etileno; y el producto de condensación de 1 mol de ácido esteárico con 30 moles de óxido de etileno.
- (2) Los productos de condensación de 1 mol de un
20. alcohol saturado o insaturado, de cadena recta o ramificada, que tiene de 10 a 24 átomos de carbono aproximadamente, con 10 a 50 moles aproximadamente de óxido de etileno, que licúan entre temperaturas comprendidas en la gama de 43,3 a 93,3°C y que son sólidos a temperaturas inferiores a 43,3°C
25. aproximadamente. La mitad alcohol puede consistir en mezclas de alcoholes en la gama de átomos de carbono antes indicada, o puede consistir en un alcohol que tiene un número específico de átomos de carbono dentro de dicha gama. El producto de condensación de 1 mol de alcohol de coco que
30. tiene la siguiente distribución aproximada de longitud de



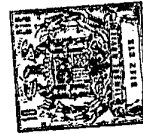
cadena: 2 % C₁₀, 66 % C₁₂, 23 % C₁₄ y 9 % C₁₆, con 45 moles de óxido de etileno (CNAE₄₅), constituye un ejemplo específico y altamente preferido de un material no iónico que con-

5. tiene una mezcla de mitades alcohólicas de distintas longitudes de cadena. Otros ejemplos específicos de materiales no iónicos de este tipo, son los productos de condensación de 1 mol de alcohol de sebo con 20 moles de óxido de etileno; los productos de condensación de 1 mol de alcohol laurílico con 35 moles de óxido de etileno; los productos de condensación de 1 mol de alcohol miristílico con 30 moles de óxido de etileno; y los productos de condensación de 1 mol de alcohol oleílico con 40 moles de óxido de etileno.

- (3) Dos ejemplos específicos de agentes de superficie activa no iónicos, adecuados para utilizarse en esta invención, y que no están específicamente clasificados en esta Memoria, son los ésteres de polioxietilenglicéridos que tienen un equilibrio hidrofílico-lipofílico (HLB) de 18,1 y derivados de polioxietilen lanolina que tienen un HLB de 17,0. Ambos materiales no iónicos son fabricados por Atlas Chemical Industries, Inc., siendo el nombre comercial del primero G-1300 y el del segundo G-1795. El número HLB es una indicación del porcentaje en peso de la porción hidrofílica de la molécula no iónica dividido por 5.

- (4) Las amidas que tienen un punto de fusión comprendido entre 43,3 y 93,3°C aproximadamente, son también adecuadas para utilizarse en esta invención. Ejemplos específicos son propilamida, N-metilamidas que tienen una longitud de cadena acídica de 10 a 15 átomos de carbono aproximadamente, pentilánilida y anilidas que tienen una longitud de cadena carbonada de 7 a 12 átomos de carbono aproxima-

404271 - 9 -



mente, oleamida, amidas del ácido ricinoleico, N-isobutilamidas del ácido pelargónico, ácido cáprico, ácido undecanoico y ácido láurico, N-(2-hidroxietil)amidas que tienen una longitud de cadena carbonada de 6 a 10 átomos de carbono aproximadamente, N-ciclopentil-lauramida y N-ciclopentil-estearamida.

(5) Los polietilenglicoles que tienen un peso molecular comprendido entre 1.400 y 30.000 aproximadamente. Por ejemplo, Dow Chemical Company fabrica estos materiales no iónicos en la gama de pesos moleculares siguiente: 20.000, 9.500, 7.500, 4.500, 3.400 y 1.450. Todos estos materiales no iónicos son sólidos de tipo céreo que funden entre 43,3 y 93,3°C.

(6) Los productos de condensación de 1 mol de alquifenol en donde la cadena alquilo contiene de 8 a 18 átomos de carbono aproximadamente, con 25 a 50 moles aproximadamente de óxido de etileno. Ejemplos específicos de estos materiales no iónicos son los productos de condensación de 1 mol de decilfenol con 40 moles de óxido de etileno; los productos de condensación de 1 mol de dodecilfenol con 35 moles de óxido de etileno; los productos de condensación de 1 mol de tetradecilfenol con 35 moles de óxido de etileno; los productos de condensación de 1 mol de hexadecilfenol con 30 moles de óxido de etileno.

(7) Ácidos grasos que contienen de 12 a 30 átomos de carbono aproximadamente y que funden a una temperatura comprendida entre 43,3 y 93,3°C. Ejemplos específicos de estos materiales no iónicos son: ácido láurico, ácido mirístico, ácido palmítico, ácido esteárico, ácido de sebo o mezclas de ácido de sebo y ácido de coco, ácido araquídico, ácido



behénico y ácido ligocérico. Los ácidos grasos son no iónicos cuando se utilizan como un agente de conglutinación.

Cuando los gránulos acabados se utilizan en soluciones alcalinas, sin embargo, los ácidos grasos son saponificados a

5. jabón, un agente de superficie activa aniónico. Los ácidos grasos que tienen 12 a 18 átomos de carbono son preferidos para utilizarse en esta invención.

(8) Alcoholes grasos que contienen de 16 a 30 átomos de carbono aproximadamente y que funden entre 43,3 y 93,3°C.

10. Ejemplos específicos de estos no iónicos son 1-hexadecanol, 1-octadecanol, 1-eicosanol, 1-heneicosanol, 3-docosanol, 1-tetracosanol y 1-octacosanol.

Igualmente, pueden utilizarse materiales normalmente sólidos distintos a los enumerados anteriormente, a condición de que sean compatibles con la enzima y que sean de naturaleza translúcida.

15.

De acuerdo con esta invención, la enzima y el material translúcido normalmente sólido, se preparan en una

lechada, calentando el material normalmente sólido a una

20. temperatura suficiente para fundirlo y mezclando dentro del mismo el material enzimático. Con respecto a la temperatura del material fundido, deberán tomarse las debidas precauciones para que la actividad de la enzima no sea destruida mediante dicha temperatura. Por consiguiente, deben evitarse

25. las temperaturas superiores a 93,3°C. La concentración de la encima de la lechada y de las perlas fabricadas a partir de la misma, pueden variar en una amplia gama. Para esta invención, resulta adecuada una gama de 5 a 50 % sobre una base de peso total de enzima dispersada dentro de la le-

30. chada. Preferiblemente, en esta invención se utiliza de



7 a 20 % de enzima, basado en el peso total de la lechada.

Una vez mezcladas completamente la enzima y el material fundido, se inyecta en la lechada un gas inerte. Ejemplos de gases inertes (es decir, inertes a la enzima y al material soluble en agua normalmente sólido) son nitró-

5. geno, dióxido de carbono y aire. Los gases útiles en esta invención no se limitan a estos tres últimos, debiéndose comprender que puede usarse cualquier gas que sea inerte. La cantidad de gas que se inyecta en la lechada depende del
10. grado de cambio de color deseado en el producto final de este proceso, es decir, la perla. En cierto grado, cuánto mayor sea la cantidad de gas inerte inyectado en la lechada, mayor será el cambio de color. El factor limitativo de la gama superior de la cantidad de inyección de gas inerte con-
15. siste en la capacidad de la lechada para disolver o dispersar uniformemente dentro de la misma el gas inerte. Es decir, se alcanza un punto, en el cual la ulterior inyección de gas inerte causará la formación de bolsas de gas dentro de la lechada, lo cual perturbará a su vez la operación del
20. proceso. La cantidad exacta de gas inerte que se inyecta eficazmente en la lechada con el fin de obtener un cambio de color deseado, variará en función del material normalmente sólido particular empleado y de la temperatura de la lechada con anterioridad a la inyección de dicho gas inerte.
25. La cantidad cuantitativa de gas inerte inyectado en cualquier lechada particular, se determina mediante experimentación, a la vista de todo lo explicado en esta Memoria.
30. Tal como se emplea en esta Memoria, el color de las perlas se mide en términos numéricos mediante el empleo de un colorímetro y diferenciómetro de color Hunterlab



Modelo D25. Dicho medidor es fabricado por Hunter Associates Laboratory, Inc. de Virginia. El color se expresa en valores L Hunter, mediante lo cual la última diferencia significativa para un nivel de confluencia del 95 %, es 1 L. Cuanto mayor sea el valor L, más claro o más blanco será la muestra a medir.

- 5.
10. Las perlas que contienen enzima fabricadas por los procesos de la técnica anterior, en donde no se emplea la inyección de gas inerte y en donde no se añade ninguna materia colorante, tienen normalmente un valor L de color Hunter que oscila entre L-40 y L-65. Preferiblemente, se inyecta una cantidad de gas inerte en las lechadas de esta invención, para que las perlas ulteriormente producidas tengan un valor L de color Hunter que oscila entre L-70 y L-90. Dicho incremento en los valores L representa un cambio desde un color parduzco mate a un color blanco. Más preferiblemente, las perlas de esta invención tienen un valor L de color Hunter de L-80 a L-90.

- 15.
20. Junto con el cambio de color existe una reducción en la densidad de las perlas. En función del grado de cambio de color deseado, la densidad de las perlas de esta invención puede reducirse en una cantidad tan grande como del 60 %. Cuanto mayor sea el grado de cambio de color deseado, medido por la escala de valores L de color Hunter, mayor será la reducción en la densidad.

- 25.
30. La lechada, después de la etapa de inyección del gas inerte, se manipula a continuación para formar pequeñas perlas solidificadas. Estas perlas solidificadas son de forma prácticamente esférica y de libre fluencia. Más particularmente, las perlas solidificadas de esta invención tienen una



- superficie exterior practicamente lisa y una superficie interior porosa. Por el término superficie practicamente lisa se quiere dar a entender que la superficie es claramente igualada, es decir, no presenta rugosidades o grietas. Mediante el término superficie interior porosa, se quiere dar a entender que el interior está compuesto de una mezcla homogénea de enzima solidificada y material translúcido, teniendo uniformemente distribuido por toda la mezcla una masa de vacíos de modo que una sección transversal del interior se asemeja a un sustrato virolento.
- 5.
- 10.
- Un método particularmente preferido para formar las perlas de esta invención, consiste en pulverizar la lechada inyectada con gas inerte en el interior de una atmósfera fresca. La pulverización forma de hecho pequeñas gotitas que, después del enfriamiento, solidifican a perlas. En una operación de enfriamiento por pulverización típica, la lechada se pulveriza en la parte superior de una torre, cuya altura puede variar considerablemente. En la base de la torre, se introduce una fuente de aire frío, es decir, aire a una temperatura de 4,4 a 15,5°C. A medida que caen las gotitas pulverizadas, éstas se ponen en contacto con el aire de enfriamiento que sube, solidificando el material normalmente sólido para formar las perlas. Las perlas resultantes se recogen en la base de la torre y el aire de enfriamiento sale por la parte superior de la torre.
- 15.
- 20.
- 25.
- El tamaño de partículas de las perlas puede controlarse regulando el tamaño de las gotas de pulverización de la lechada. A su vez, el tamaño de las gotas de pulverización dependerá de factores tales como la viscosidad de la lechada pulverizada, la presión de pulverización y la naturaleza del
- 30.



- cabezal pulverizador, por ejemplo, el tamaño del orificio de salida. Generalmente, el diámetro de las partículas de las perlas de esta invención, es inferior a 1 mm aproximadamente. Los parámetros anteriores se determinan mediante simple experimentación de rutina. Basado en las temperaturas de las lechadas anteriormente descritas, se ha encontrado que las presiones de pulverización comprendidas entre 7,70 y 140 kg/cm² y un orificio de salida de la pulverización de 1,016 a 3,175 mm, producen perlas del tamaño deseado.
- 5.
10. Sorprendentemente, las perlas resultantes de esta invención tienen un color muy claro. La razón de este color agradablemente claro es atribuible a la estructura física de las perlas. La porción exterior de la perla es sustancialmente lisa. Sin embargo, el examen de las perlas seccionadas,
15. bajo un microscopio, indica que el gas inerte ha sido dispersado en la lechada y que tras la liberación de la presión en la boquilla de pulverización, se ha producido una masa de vacíos o burbujas muy finos uniformemente distribuidos en el interior de las perlas. Se cree que la fina dispersión de vacíos en las perlas hace que la luz sea dividida y reflejada de forma que se obtiene una mejora en el color, es decir, el color de las perlas es significativamente más claro que el color de las perlas producidas mediante un método en el que no se emplea la etapa de inyección del gas. De este modo,
20. puede observarse la importancia de que el material normalmente sólido sea translúcido. Como tal, la nueva estructura de las perlas de esta invención provoca la reflexión de la luz de forma que es la estructura misma la responsable del color de la perla. Un material opaco en combinación con una enzima y que tiene la estructura anteriormente indicada, no de-
- 25.
- 30.



bería poseer el mismo color que el producto de esta invención.

Las perlas que contienen enzimas de esta invención se añaden a una amplia variedad de formulaciones de lavado.

5. Por ejemplo, se incorporan en un producto de prelavado de lavandería, en un detergente de lavandería o en un producto de lavadora automática. Normalmente, la proporción de perlas que contienen enzima en dichos productos de limpieza, es del orden de 0,5 a 5 % en peso.

10. A pesar de que la descripción anterior se ha hecho con referencia particular a la producción de perlas que contienen enzimas, el proceso de esta invención puede emplearse para la fabricación de perlas que contienen otros muchos materiales, en donde se desea un cambio de color.

15. Los siguientes ejemplos son ilustrativos del nuevo procedimiento de esta invención. Todos los porcentajes se expresan en una base de peso en seco.

EJEMPLO 1

20. Se calientan 188 kg de un material translúcido no iónico identificado como "Wyandotte 7135 Encapsulating Agent", a una temperatura de 65,5°C aproximadamente, en un recipiente agitado, hasta fundirlo por completo. El material anterior es suministrado por Wyandotte Chemical Corp. y se describe como un material mezclado de polietilenglicol-polipropilenglicol. A este fundido se añaden 14,4 kg de un preparado
25. enzimático que tiene actividad de proteasas y amilasas, para formar una lechada que contiene 7,1 % de enzimas en peso. La lechada se bombea a continuación hasta una boquilla de pulverización de una torre de enfriamiento por pulverización. La torre tiene una altura de 15 metros y un diámetro de 3 me-
30. tros. La boquilla de pulverización tiene un orificio de



1,70 mm y está situada en la parte superior de la torre.

Se introduce aire frío, a una temperatura de aproximadamente 8,8°C, en el fondo de la torre, saliendo por la parte superior de la misma. En la lechada, se inyecta gas nitrógeno a

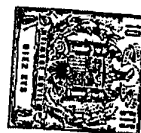
5. una presión de 70 kg/cm² relativos, a medida que la lechada fluye a través de una tubería desde el tanque de lechada agitado hasta la boquilla de pulverización. La presión en el cabezal de la boquilla de pulverización es de 28 kg/cm² relativo. Las perlas resultantes tienen una densidad de aproximadamente 36,3 kg/l. El color Hunter, medido en la escala L de un colorímetro y diferenciómetro de color Hunter, modelo D25, es de L-79,8. Esto corresponde a un color blanco.

La perlas que contienen enzima preparadas mediante este ejemplo, son útiles en las composiciones detergentes.

15. La actividad enzimática es retenida e impartida a las composiciones detergentes que contienen dichas perlas.

Con fines comparativos, se realizó el mismo procedimiento con la excepción de que no se inyectó gas en la lechada y con la excepción de que la boquilla de pulverización era de 21 kg/cm² relativos. El empleo de esta presión de boquilla ligeramente inferior no tenía un efecto medible sobre el color de las perlas resultantes. Las perlas resultantes tenían una densidad de 65,5 kg/l y un valor de color de L-63,2. Este valor L representa un color marrón.

20. Los siguientes ejemplos pertenecen a las composiciones de lechada que cuando son inyectadas con gas en la forma descrita en el ejemplo 1 anterior, producen perlas que tienen colores claros dentro de la gama de L-70 a L-90. Las perlas son sustancialmente de un color más claro y tienen una densidad inferior que las perlas producidas a par-
- 25.
- 30.



tir de las lechadas en las cuales no se ha inyectado el gas. La actividad enzimática es retenida y las perlas resultantes son útiles en las composiciones detergentes.

EJEMPLO 2

5. CARBOWAX 6000 de peso molecular promedio 6000-7500 (calentado a una temperatura de 65,5°C para provocar la fusión) 42,75 kg.
 Proteasa TP (contenido en proteasa activa, 9% aproximadamente) 2,25 kg.

EJEMPLO 3

10. Producto de condensación de 1 mol de alcohol de coco y 45 moles de óxido de etileno (calentado a 57,2°C para provocar la fusión) 22,5 kg.
 15. Milezima (contenido en enzima activa de 5 % de proteasa alcalina y 6 % de actividad amilásica) 22,5 kg.

- Se obtienen unos resultados prácticamente similares a los conseguidos en los ejemplos anteriores, cuando los materiales anteriormente utilizados son sustituidos por otros materiales normalmente sólidos que funden a temperaturas comprendidas entre 43,3 y 93,3°C, teniendo el producto resultante un color sustancialmente más claro, es decir, un valor de color Hunter L-70 a L-90, que un producto fabricado por un proceso diferente. Cuando en los ejemplos anteriores, los materiales normalmente sólidos ejemplificados, son sustituidos por los siguientes materiales, total o parcialmente, se obtienen resultados prácticamente similares:

- El producto de condensación de 1 mol de ácido graso de coco que tiene la distribución de longitud de cadena aproximada de 2 % C₁₀, 66 % C₁₂, 23 % C₁₄ y 9 % C₁₆, con
- 30.



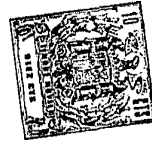
- 35 moles de óxido de etileno;
el producto de condensación de 1 mol de ácido palmítico con
40 moles de óxido de etileno;
el producto de condensación de 1 mol de ácido mirístico con
5. 35 moles de óxido de etileno;
el producto de condensación de 1 mol de ácido oléico con
45 moles de óxido de etileno; y
el producto de condensación de 1 mol de ácido esteárico con
30 moles de óxido de etileno;
10. el producto de condensación de 1 mol de ácido 2-metil-tetra-
decanoico con 45 moles de óxido de etileno;
el producto de condensación de 1 mol de alcohol de sebo con
20 moles de óxido de etileno;
el producto de condensación de 1 mol de alcohol laurílico
15. con 35 moles de óxido de etileno;
el producto de condensación de 1 mol de alcohol mirístico
con 30 moles de óxido de etileno;
el producto de condensación de 1 mol de 2-metiltetradecanol
con 45 moles de óxido de etileno;
20. el producto de condensación de 1 mol de alcohol oleílico
con 40 moles de óxido de etileno;
ésteres de polioxietilenglicéridos, que tienen un equili-
brio hidrófilo-lipófilo de aproximadamente 18,1;
derivados de polioxietilenlanolina que tienen un equilibrio
25. hidrófilo-lipófilo de aproximadamente 17,0;
polietilenglicoles con un peso molecular de aproximadamente
1.400 a 30.000, por ejemplo, 20.000, 9.500, 7.500, 4.500,
3.400, 1.450;
los productos de condensación de 1 mol de alquilfenol en
30. donde la cadena alquílica contiene 8, 10, 12, 15, 16 ó 18



- átomos de carbono, con 25, 35, 45 ó 50 moles de óxido de etileno;
- amidas solubles en agua que tienen un punto de fusión comprendido entre 43,3 y 93,3°C, por ejemplo, propilamida,
5. N-metilamidas que tienen una longitud de cadena acíclica de 10, 12, 14 ó 15 átomos de carbono, pentilamida y anilidas que tienen una longitud de cadena carbonada de 7, 8, 10 ó 12 átomos de carbono, oleamida, amidas de ácido ricinoleico, N-isobutilamidas de ácido pelargónico, ácido cáprico, ácido undecanóico y ácido láurico, N-(2-hidroxietil)amidas que
10. tienen longitudes de cadena carbonada de 6, 8 ó 10 átomos de carbono, N-ciclopentil-laureamida y N-ciclopentil-estearamida.

N O T A

15. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarse en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Norteamérica con el No. de Ser. 159.032 de 1 de julio de 1971, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento
20. por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE PERLAS CONTENIENDO ENZIMAS; caracterizándose por lo siguiente:
25. 1.- Procedimiento para la producción de perlas conteniendo enzimas, dotadas de un color agradablemente claro y de una densidad reducida, atribuibles a la estructura
- 30.



- física de las perlas, teniendo cada una de las perlas una forma sustancialmente esférica con una superficie exterior sustancialmente lisa y una superficie interior porosa, caracterizado porque comprende: (a) calentar un material
5. translúcido, normalmente sólido, a una temperatura suficiente para fundir el material insuficiente para destruir la actividad de una enzima; (b) mezclar con el material fundido una enzima para formar una lechada que tiene, dispersada en la misma, de 5 a 50 % de enzima en peso total; (c) inyectar
10. un gas inerte en la lechada para formar dentro de la misma una dispersión uniforme de dicho gas; y (d) formar perlas a partir de la lechada de la etapa (c) teniendo dicha estructura física y color.
- 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el material translúcido normalmente sólido es soluble en agua.
- 15.
- 3.- Procedimiento según la reivindicación 1 ó 2, caracterizado porque se inyecta un gas inerte en la lechada en una cantidad suficiente para producir perlas conteniendo enzima que tienen un valor L de color Hunter que oscila de
20. L-70 a L-90.
- 4.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque las perlas se forman enfriando por pulverización la lechada de la etapa
25. (c).
- 5.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el material normalmente sólido tiene un punto de fusión de 43,3 a 93,3°C.
- 6.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el gas inerte
- 30.



404271 - 21 -



se elige del grupo consistente en nitrógeno, dióxido de carbono y aire.

5. 7.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el material normalmente soluble en agua es un material no iónico.
10. 8.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el material translúcido, normalmente sólido, soluble en agua, no iónico, es polietilenglicol que tiene un peso molecular de 1.400 a 30.000.
- 9.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el valor I de color Hunter es de L-80 a L-90.
15. 10.- Procedimiento según la reivindicación 9, caracterizado porque el valor I de color Hunter de la enzima, antes de mezclarla con el material fundido, es de L-40 a L-90.
20. 11.- Procedimiento para la producción de perlas conteniendo enzimas, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 21 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

13 SET. 1972

THE PROCTER & GAMBLE COMPANY.

J. GOMEZ ACEBO Y MODET
P. p. Firmado: L. García Fernández

