



Número 417:282

ANULADO
PROHIBIDA LA CONSULTA
Y LA EMISION DE COPIAS
Y REPLICACIONES.

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de una

PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: INTEROX CHEMICAL LIMITED.

RESIDENCIA: 14 Hanover Square, Hanover House,

LONDON W.1. INGLATERRA.

ENUNCIADO: "UN PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION
DE UN PERCOMPUESTO EN PARTICULAS"

Prioridad: Patente británica.....n.º35205/72 del...27-7-72



1 Esta invención se refiere al tratamiento superficial de compuestos peroxigenados en partículas y a mezclas detergentes que contienen estos compuestos.

5 Las mezclas detergentes han contenido durante muchos años un agente blanqueante, con frecuencia un compuesto conteniendo oxígeno activo como tetrahidrato de perborato sódico o peroximonosulfato potásico. En los últimos años se han puesto de manifiesto dos características. La primera característica ha sido la introducción de enzimas en los detergentes de acción intensa para mejorar el comportamiento de remo-
10 jado en frío y limpiar las manchas proteínicas. Desgraciadamente, la mezcla íntima de enzimas con compuestos que contienen oxígeno activo da lugar a una pérdida de actividad del enzima durante el almacenamiento, especialmente a temperaturas y humedades relativas elevadas. La segunda característica
15 ha sido un aumento progresivo en la proporción de agente blanqueante en la mezcla detergente, desde alrededor del 8-10 % hace unos 10 años al 20 % o más en los últimos tiempos, que ha conducido a un creciente uso de técnicas mecánicas para la manipulación del agente de blanqueo. Estas técnicas son abrasivas, produciendo polvos y partículas finas en la mezcla detergente, de manera que cuando la mezcla se vierte de su envase se forma una nube de partículas de polvo que puede ser un irritante nasal.

20 Se ha encontrado que las propiedades físicas de los compuestos peroxigenados sólidos (denominados también aquí percompuestos o compuestos conteniendo oxígeno activo) pueden ser modificadas tratando la superficie de las partículas del percompuesto con un agente. Se cree que el tratamiento superficial hace que el agente forme un revestimiento que cubre
25
30



1

por lo menos parcialmente la superficie de las partículas de percompuesto.

5

De acuerdo con esta invención, se proporciona un percompuesto sólido recubierto con un agente de revestimiento constituido por un producto de condensación de por lo menos un ácido graso de cadena larga y un poli(alquilenglicol) o un poli(alquilenglicol) terminalmente sustituido con uno o dos grupos amina. En lo que sigue, la referencia a un poli(alquilenglicol) comprende también una referencia al correspondiente poli(alquilenglicol) en el que uno o los dos grupos hidroxilo terminales han sido sustituidos por grupos amino. Adecuadamente, los ésteres y amidas son derivados del poli(etilenglicol) (P.E.G.), teniendo el radical P.E.G. un peso molecular medio que adecuadamente es de 200 como mínimo, preferiblemente es de 250 como mínimo y todavía mejor es de 300 aproximadamente como mínimo. Es preferible que el radical P.E.G. tenga un peso molecular medio inferior a unos 2000, ventajosamente inferior a unos 1500 y preferiblemente inferior a unos 1000. En las realizaciones especialmente preferidas de la invención, el peso molecular medio del radical P.E.G. puede ser alrededor de 300, 400, 600, 700 ó 1000.

10

15

20

25

En otras realizaciones, el poli(alquilenglicol) puede contener una cadena polipropilenglicólica (P.P.G.) con un peso molecular medio de 1000 a 2000 o más o contener esta cadena de P.P.G. por ejemplo en forma de un copolímero P.E.G./P.P.G. con un elevado contenido de P.E.G. del orden del 50 % o más.

30

Adecuadamente, el agente de revestimiento es un condensado de un monoácido o diácido graso de un poli(alquilenglicol) u opcionalmente, como se ha dicho antes, del corres-



1 pondiente poli(alquilenglicol) terminado en amina. El resto
del ácido graso o de cada uno de los ácidos grasos, por cuyo
término entendemos un resto de un ácido monocarboxílico con-
5 teniendo por lo menos 8 átomos de carbono en una cadena ali-
fática, convenientemente contiene de 8 a 26, preferiblemente
de 10 a 24 y todavía mejor de 12 a 22 átomos de carbono y
puede ser saturado o insaturado. Son ejemplos de ácidos gra-
sos los ácidos láurico, esteárico y oléico y los ácidos gra-
sos derivados del aceite de coco, aceite de castor y aceite
10 de cacahuet así como sus derivados hidrogenados.

Otros ácidos grasos saturados adecuados son los áci-
dos mirístico, palmítico, araquídico y behénico, conocidos
también respectivamente como ácidos tetradecenoico, hexade-
cenoico, eicosanoico y docosanoico y los ácidos insaturados
15 adecuados comprenden los ácidos hexadecenoicos, ácidos hexa-
decinoicos, otros ácidos octadecenoicos, ácidos octadecinoi-
cos y ácidos docosenoicos, de los que son ejemplos los ácidos
hipogeico, erúcico y estearólico. Preferiblemente el resto
ácido graso es saturado porque los condensados de ácidos gra-
20 sos saturados y un poli(alquilenglicol) suelen presentar pun-
tos de fusión más altos que sus correspondientes condensados
insaturados.

Preferiblemente, el ácido graso y el poli(alquilen-
glicol) están seleccionados de forma que el agente de revestimiento
25 tiene un punto de fusión de 25°C como mínimo, en es-
pecial de 30°C como mínimo y es muy conveniente que funda a
una temperatura de hasta unos 50°C.

El agente de revestimiento especialmente adecuado es
un mono-derivado, especialmente el monoéster mejor que la
30 monoamida. El agente de revestimiento, tal como el producto



1 de condensación de P.E.G., opcionalmente terminado en amina,
y el ácido graso tiene preferiblemente un peso molecular me-
dio de 300 a 1700 y pueden producirse agentes de revestimiento
5 con este peso molecular preferido por condensación, por ejem-
plo, de los radicales P.E.G. preferidos antes mencionados con
cualquiera de los ácidos grasos aquí descritos.

El compuesto peroxigenado es adecuadamente recubier-
to con 0,1 % y preferiblemente con 0,2 % como mínimo de agen-
te de revestimiento. Si este último funde a una temperatura
10 de hasta 25°C, es conveniente no utilizar más del 5 % en peso
porque los percompuestos distintos del monohidrato de perborato,
cuando se recubren con más de alrededor del 5 % de este
agente de revestimiento, tienen tendencia a apelmazarse y a
presentar malas propiedades de fluidez. El monohidrato de per-
15 borato puede ser tratado convenientemente con hasta el 20 %.
Si el agente de revestimiento funde por encima de 25°C, es
conveniente no emplear más del 20 % y todavía mejor no más
del 15 % en peso, porque utilizando más de alrededor del 20 %
el percompuesto revestido resulta más caro y puede aumentar
20 la tendencia a que se formen partículas de polvo durante la
manipulación.

Adecuadamente, el compuesto peroxigenado es cualquier
compuesto orgánico o inorgánico en partículas que contenga
oxígeno activo, poseyendo así propiedades de blanqueo bajo
25 condiciones detergentes. Son ejemplos de compuestos peroxige-
nados inorgánicos los tetrahidratos, monohidratos y trihidra-
tos de perboratos de metales alcalinos, permonosulfatos de
metales alcalinos y aductos de las sales de metales alcalinos,
con peróxido de hidrógeno como los carbonatos, tripolifosfatos
30 y pirofosfatos de metales alcalinos, por ejemplo, especialmen-

4 NOV



1 te la sal sódica en todos los casos. Son ejemplos de compuestos
peroxigenados orgánicos los perácidos orgánicos sólidos, como
ácido peroxibenzoico, preferiblemente con un punto de fusión
de 50°C o más alto, como el ácido o los ésteres peroxiftálicos
5 o los perácidos orgánicos y los peróxidos de diacilo.

Se sobreentiende que los agentes de revestimiento
preferidos para los compuestos peroxigenados orgánicos, en
términos generales, pueden presentar un equilibrio entre la
porción poli(alquilenglicol) hidrofílica y el resto ácido gra-
10 so hidrófobo diferente del existente en los agentes de reves-
timiento preferidos para los compuestos peroxigenados inorgá-
nicos y que los percompuestos individuales, ya sean orgánicos
o inorgánicos, pueden necesitar diferentes agentes de reves-
timiento o distintas cantidades de agente de revestimiento pa-
15 ra conseguir la modificación más conveniente de las propie-
dades físicas de ese percompuesto.

El revestimiento debe ser aplicado por técnicas con-
vencionales de revestimiento. En un método, el agente de re-
vestimiento se introduce a una temperatura superior a su pun-
20 to de fusión, por ejemplo vertiéndolo o pulverizándolo sobre
un lecho de partículas de compuesto peroxigenado mantenido a
esa temperatura y agitado mecánicamente, por ejemplo, en un
mezclador Lodige-Morton, dejando enfriar después. En un se-
gundo método, el agente de revestimiento, a una temperatura
25 superior a su punto de fusión, es pulverizado sobre los com-
puestos peroxigenados agitados en un lecho fluidificado a esa
temperatura. También es posible no calentar el lecho fluidifi-
cado. En un tercer método, el agente de revestimiento se di-
suelve en un disolvente, preferiblemente poco volátil, tal
30 como un alcohol alifático inferior como etanol, y se pulveriza



1 sobre las partículas de compuesto peroxigenado agitadas en un
lecho fluidificado, suministrando al lecho aire caliente su-
ficiente para evaporar el disolvente. En un cuarto método, el
5 agente de revestimiento se disuelve en un disolvente, las par-
tículas de compuesto peroxigenado se sumergen en la solución
y se agrega un antidisolvente, haciendo con ello que el agen-
te de revestimiento sea coacervado sobre las partículas que
después se separan por filtración y se secan. Alternativamen-
te, el agente de revestimiento puede ser precipitado sobre
10 las partículas poniendo en contacto una solución saturada del
agente a temperatura elevada con las partículas y después de-
jando que la solución se enfríe.

15 La aplicación del mismo porcentaje utilizando métodos
diferentes a las partículas de compuesto peroxigenado con unas
ciertas características físicas puede dar lugar a productos
con estabilidades diferentes en el paquete.

20 Pueden recubrirse partículas de cualquier forma o
tamaño pero es preferible que una proporción tan alta como
sea posible de las partículas de un lote único a recubrir pre-
sented una relación similar de superficie específica a volu-
men, de manera que el producto revestido presente una estabi-
lidad en el paquete prácticamente constante. Una partícula
con un gran diámetro presenta una baja relación de superfi-
cie específica a volumen y para cualquier diámetro de partí-
25 cula dado, la partícula esférica es la que presenta menor
relación de superficie específica a volumen. Es preferible
que las partículas sean prácticamente esféricas, adecuadamen-
te con un diámetro de partícula de 75μ a 1000μ aproxima-
mente.

30 Las partículas que han de ser revestidas pueden ha-



1 ber sido producidas por cualquier procedimiento adecuado, ta-
les como un proceso de cristalización o un proceso en lecho
fluidificado y pueden haber sido clasificadas o no.

5 Las partículas pueden ser recubiertas por más de una
capa del agente de revestimiento, siendo cada capa del mismo
compuesto o de uno diferente. Alternativamente, las partículas
pueden ser recubiertas con una o más capas del agente de reves-
timiento y una o más capas del agente de revestimiento descri-
to en la solicitud de patente copendiente inglesa nº 3240/71.

10 En las composiciones detergentes que contienen un
componente enzimático y un compuesto conteniendo oxígeno acti-
vo en mezcla íntima, el componente enzimático pierde su acti-
vidad a una velocidad menor cuando el compuesto que contiene
oxígeno activo ha sido recubierto de acuerdo con esta inven-
15 ción. Al parecer el revestimiento actúa como barrera física
que impide el contacto íntimo entre las partículas de com-
puesto peroxigenado y las partículas de enzima. Los agentes
de revestimiento aquí descritos son compatibles con el com-
puesto peroxigenado y con el enzima.

20 Cuando los compuestos peroxigenados se almacenan en
condiciones húmedas en mezcla íntima con otros componentes de
las actuales mezclas detergentes, experimentan una descomposi-
ción y en consecuencia una pérdida del oxígeno activo y del
poder blanqueador. La velocidad de descomposición varía de
25 un compuesto peroxigenado a otro, presentando el tetrahidrato
de perborato sódico una velocidad pequeña y el perhidrato de
carbonato sódico una velocidad mucho mayor. En las condicio-
nes de almacenamiento experimentadas en los paquetes, por
ejemplo durante los meses de verano en los almacenes de los
30 países mediterráneos, las elevadas temperaturas de unos 30°C



1 y las humedades del 70 y 80 % indican una velocidad considera-
ble de descomposición, especialmente en el caso del percarb-
nato sódico. El compuesto peroxigenado recubierto de acuerdo
con esta invención, bajo condiciones similares, experimenta
5 una descomposición considerablemente menor que la del compues-
to peroxigenado no recubierto. Esta ventaja es especialmente
notable bajo las estrictas condiciones antes descritas y para
los compuestos peroxigenados más fácilmente descomponibles,
como los aductos de las sales de metales alcalinos con peróxi-
10 do de hidrógeno, v.g. perhidrato de carbonato sódico y perhi-
drato de pirofosfato sódico, peroximonosulfato de metales al-
calinos, v.g. peroximonosulfato potásico y muchos peroxiáci-
dos, peroxiésteres y peróxidos de diacilo orgánicos. Se cree
que los ésteres de los peroxiácidos orgánicos y los peróxidos
15 de diacilo pueden ser hidrolizados a peroxiácidos (que des-
pués pueden descomponerse liberando oxígeno activo) a una ve-
locidad menor que los correspondientes ésteres de peroxiácidos
y peróxidos de diacilo no recubiertos.

20 En comparación con los compuestos no recubiertos,
los compuestos peroxigenados recubiertos con pequeñas cantida-
des de los agentes de revestimiento especialmente preferidos,
v.g. el producto de monocondensación de P.E.G. 300 y ácido
esteárico, sufren menos rotura de partículas y presentan una
menor tendencia a formar polvo, como puede medirse utilizando
25 un ensayo de atrición convencional. Estos compuestos peroxige-
nados revestidos especialmente preferidos son adecuados para
uso en los procesos de manipulación mecánica a granel ahora
utilizados en la preparación de las mezclas detergentes. Así,
aunque las ventajas del revestimiento del compuesto peroxige-
30 nado son más notables cuando la mezcla detergente contiene



1 enzimas, todavía resulta ventajoso recubrir los compuestos
peroxigenados incluso aunque la composición detergente esté
exenta de enzimas.

5 También proporcionamos de acuerdo con esta invención
mezclas detergentes que contienen uno o más compuestos peroxi-
genados recubiertos con un agente de revestimiento como el
aquí descrito.

10 Las mezclas detergentes con frecuencia se establecen
de forma que el contenido de oxígeno activo esté comprendido
entre 0,5 y 3% o incluso 4% en peso, calculado sobre el peso
de la mezcla, y este contenido puede conseguirse mezclando la
cantidad apropiada de compuesto peroxigenado con las composi-
ciones detergentes de base, entendiéndose que la cantidad
15 apropiada variará de un compuesto peroxigenado a otro y será
inversamente proporcional al contenido en oxígeno activo del
compuesto peroxigenado puro. Por ejemplo, el tetrahidrato de
perborato sódico tiene un contenido en oxígeno activo del 10 %
aproximadamente y el perhidrato de carbonato sódico del 14 %
aproximadamente. De aquí que, para conseguir un contenido en
20 oxígeno activo del 2 %, sea necesario alrededor del 20 % de
tetrahidrato de perborato sódico y solamente alrededor del
14 % de perhidrato de carbonato sódico (porcentajes en peso
calculado sobre la mezcla detergente). Otros componentes que
pueden encontrarse en la mezcla son los agentes tensoactivos,
25 v.g. ácidos grasos o sus sales de metales alcalinos, alquil-
sulfonatos, arilsulfonatos alquilados, compuestos de conden-
sación de olefinas alifáticas sulfatadas y compuestos de
condensación de amidas alifáticas sulfatadas; reforzantes or-
gánicos o inorgánicos, v.g. tripolifosfato sódico, enzimas,
30 sulfato sódico y silicato sódico. Los enzimas adecuados son

4 NOV



1 vendidos respectivamente por Novo Industri, Royal Netherlands,
Fermentation Industrie, Kali Chemie y Pfizer, bajo los nombres
comerciales de NOVOLASE, MAXATASE, OPTIMASE y SUPERASE.

5 A continuación describiremos ciertas realizaciones
de la invención con más detalle a título de ejemplo solamen-
te. En los ejemplos, el perhidrato de carbonato sódico (per-
carbonato) se produce por un proceso de cristalización conven-
cional y presenta una gama de tamaños de partícula de 75 a
1000 μ y el tetrahidrato de perborato sódico (perborato) tie-
10 ne una gama de tamaños de partícula de 75 a 1000 μ .

EJEMPLO 1

15 En este ejemplo el percarbonato se recubre con un
agente de revestimiento que comprende 5 % en peso, calculado
sobre el compuesto recubierto, del producto de condensación
indicado en la Tabla I, fundiendo el agente de revestimiento,
fluidificando las partículas de percarbonato en un lecho man-
tenido a unos 35-45°C, pulverizando una cantidad suficiente
de agente de revestimiento sobre las partículas y después de-
20 jando enfriar las partículas. El percarbonato recubierto o no
recubierto se mezcla después íntimamente con una base deter-
gente exenta de enzimas o conteniendo enzimas, cuya composi-
ción (calculada sobre el peso de la base detergente) es la
siguiente:

| | Exenta de enzima | Conteniendo 0,5 % de enzima |
|---------------------------------|---------------------|--------------------------------|
| 25 dodecilbenzosulfonato sódico | 25 - 30 % | 25 - 30 % |
| tripolifosfato sódico | 35 - 40 % | 25 - 30 % |
| silicato sódico | 10 - 15 % | 5 - 10 % |
| sulfato sódico | 10 - 15 % | 20 - 30 % |
| 30 agua y aditivos hasta | 100 % | hasta 100 % |



1 con objeto de dar un contenido en oxígeno activo del 2 % en
 peso aproximadamente, calculado sobre el detergente, siendo
 determinado el porcentaje exacto como se indica más adelante.
 Las composiciones detergentes se almacenan después en unas ca-
 5 jas de cartón estratificado encerado convencionales de baja
 permeabilidad, bajo las condiciones indicadas en la Tabla I.
 En las composiciones se determina el contenido en oxígeno ac-
 tivo disolviendo completamente un peso conocido de detergente
 en solución acuosa diluida de ácido sulfúrico y valorando la
 10 solución resultante frente a una solución normalizada de per-
 manganato potásico a los tiempos indicados en la Tabla I. Las
 cifras dadas indican hasta qué punto se ha perdido el oxígeno
 activo del percarbonato.

15 Las condiciones de almacenamiento están indicadas por
 A, B, C y D, donde A y B significan a 28°C y 70 % de humedad
 relativa, C y D significan a 32°C y 80 % de humedad relativa,
 A y C están exentos de enzimas y B y D están en presencia del
 enzima proteínico.

TABLA I

| Producto de condensación de | Condiciones de almacenamiento | Pérdida de oxígeno activo | | | | | |
|-----------------------------|-------------------------------|------------------------------------|----|----|----|----|----|
| | | Tiempo de almacenamiento (semanas) | | | | | |
| | | 0 | 2 | 4 | 8 | 12 | 20 |
| Sin recubrir | A | 0 | 2 | 0 | 10 | 14 | 31 |
| | B | 0 | 11 | 7 | 43 | 64 | 82 |
| | C | 0 | 3 | 7 | 13 | 34 | - |
| | D | 0 | 14 | 24 | 55 | 88 | 93 |
| PEG 300 ácido esteárico | A | 0 | 0 | 4 | 6 | 10 | 21 |
| | B | 0 | 0 | 11 | 18 | 28 | 62 |



1

TABLA I (continuación)

| | Producto de condensación de | Condiciones de almacenamiento | Pérdida de oxígeno activo | | | | | |
|----|--|-------------------------------|------------------------------------|---|----|----|----|----|
| | | | Tiempo de almacenamiento (semanas) | | | | | |
| | | | 0 | 2 | 4 | 8 | 12 | 20 |
| 5 | PEG 1000 ácido este- árico | A | 0 | 0 | 3 | 0 | 9 | 5 |
| | | B | 0 | 0 | 1 | 6 | 15 | 21 |
| | | C | 0 | 0 | 1 | 3 | 8 | 15 |
| | | D | 0 | 0 | 2 | 13 | 21 | 37 |
| 10 | PEG 1000 ácido este- árico (3 %) | A | 0 | 1 | 4 | 7 | 10 | 18 |
| | PEG 1000 ácido oleico | A | 0 | 0 | 4 | 9 | 12 | 25 |
| | | B | 0 | 1 | 7 | 18 | 35 | 70 |
| | | C | 0 | 0 | 6 | 14 | 30 | 39 |
| 15 | | D | 0 | 5 | 18 | 27 | 60 | 81 |
| | PEG 1000 ácido láurico | A | 0 | 0 | 4 | 7 | 9 | 25 |
| | | B | 0 | 0 | 6 | 17 | 34 | 68 |
| | | C | 0 | 1 | 5 | 8 | 20 | 28 |
| 20 | | D | 0 | 4 | 15 | 23 | 41 | 49 |

EJEMPLO 2

El perborato o el percarbonato se recubren con el agente de revestimiento y las cantidades indicadas en las Tablas II y III, por el método descrito en el Ejemplo 1. Después el perborato o el percarbonato, recubiertos o sin recubrir, se mezclan íntimamente con la base detergente que contiene el enzima, como se ha descrito en el Ejemplo 1, con objeto de dar productos con un contenido en oxígeno disponible de aproximadamente 2 % en peso, calculado sobre el producto. Cada producto contiene alrededor de 0,5 % en peso, sobre el

25

30



1 producto, de un enzima activo, Bacillus subtilis vendido por
 Novo Industri de Dinamarca bajo el nombre comercial de ALCALA-
 SE, estando soportado el enzima sobre tripolifosfatos. Después
 el producto se almacena en cajas convencionales de detergente,
 5 estratificadas con cera, de poca permeabilidad o cajas de per-
 meabilidad nula a 28°C y 70 % de humedad relativa. La activi-
 dad del enzima se determina regularmente por el método descri-
 to por Y. Lin, G.E. Means y R.E. Feeney en un artículo titu-
 lado "The Action of Proteolytic Enzymes on N,N-Dimethyl Pro-
 10 teins", publicado en el volumen 244, nº 4, del mes de Febre-
 ro de 1969 del Journal of Biological Chemistry, págs. 759-
 793. El tiempo necesario para que la actividad del enzima des-
 cienda a la mitad de su valor original está indicado en las
 Tablas II y III.

15

TABLA II

Cajas de poca permeabilidad

| Canti- dad | Agente de revestimiento Producto de condensación de | Semiperiodo del enzima (días) | |
|---------------|--|----------------------------------|--------------|
| | | Perborato | Percarbonato |
| - | - | 22 | 13 |
| 20 | - | 27 | 14 |
| 1 | % PEG 1000 ácido esteárico | 21 | 15 |
| 1,5 | % PEG 1000 ácido esteárico | - | 14 |
| 3 | % PEG 1000 ácido esteárico | 29 | 19 |
| 5 | % PEG 1000 ácido esteárico | 40 | 38 |
| 25 | 1 % PEG 300 ácido esteárico | 28 | - |
| 3 | % PEG 300 ácido esteárico | 37 | - |
| 5 | % PEG 300 ácido esteárico | 50 | 37 |
| 5 | % PEG 1000 ácido oléico | 35 | 26 |
| 25 | % PEG 1000 ácido oleico | 42 | - |

30



1

TABLA II (continuación)

Cajas de poca permeabilidad

| | <u>Canti- dad</u> | <u>Agente de revestimiento Producto de condensación de</u> | <u>Semiperiodo del enzima (días)</u> | |
|---|-----------------------|--|--|---------------------|
| | | | <u>Perborato</u> | <u>Percarbonato</u> |
| 5 | 5 % | PEG 1000 ácido láurico | 33 | 27 |
| | 25 % | PEG 1000 ácido láurico | 41 | - |
| | 5 % | PEG 300 ácido diesteárico | 37 | - |

TABLA III

Cajas de permeabilidad nula

| | <u>Canti- dad</u> | <u>Agente de revestimiento Producto de condensación de</u> | <u>Semiperiodo del enzima (días)</u> | |
|----|-----------------------|--|--|---------------------|
| | | | <u>Perborato</u> | <u>Percarbonato</u> |
| 10 | - | - | 30 | 13 |
| | - | - | 35 | 15 |
| | 1 % | PEG 1000 ácido esteárico | 44 | - |
| 15 | 5 % | PEG 1000 ácido esteárico | 63 | 37 |
| | 1 % | PEG 300 ácido esteárico | 61 | - |
| | 5 % | PEG 300 ácido esteárico | >100 | 28 |
| | 1 % | PEG 1000 ácido oléico | 37 | - |
| | 5 % | PEG 1000 ácido oléico | 42 | 31 |
| 20 | 1 % | PEG 1000 ácido láurico | 40 | - |
| | 5 % | PEG 1000 ácido láurico | 45 | 31 |

25

En las Tablas II y III puede observarse que aumentando la cantidad de agente aumenta generalmente el semiperiodo del enzima y que el más eficaz de los agentes de revestimiento descritos en este Ejemplo es el producto de condensación de PEG 300 y ácido esteárico.

EJEMPLO 3

30

En este ejemplo se comparan la resistencia a la atrición del tetrahidrato de perborato sódico y del percarbonato sódico recubiertos y sin recubrir.



1

El percarbonato sódico y el tetrahidrato de perborato sódico se recubren por un procedimiento de acuerdo con el Ejemplo 1, utilizando los agentes de revestimiento y las cantidades indicadas en la Tabla IV. La resistencia a la atrición se expresa como % de friabilidad, siendo tanto mayor la resistencia a la atrición cuanto menor sea la friabilidad.

5

10

La friabilidad se mide utilizando un procedimiento de ensayo normalizado. Una muestra se divide en porciones con un peso de 50 g aproximadamente cada una. Una primera porción se pesa con precisión (W) y se tamiza. El peso A atraviesa un tamiz de 150 micras (100 mallas). Una segunda porción de peso B se introduce en la cámara de atrición del aparato que comprende una botella de gas que conecta a través de un regulador de la presión con una cámara de atrición vertical provista de una placa de base con un solo agujero de 0,016" (0,406 mm) taladrado centralmente. El caudal de gas se regula entre 6,75 y 7,25 litros C.N. por minuto (es decir, normalizados a 0°C y a una presión de 760 mm de mercurio), a una presión de dispensación de 42-48 psi (aproximadamente 2,95 a 3,37 kg/cm²) durante 10 minutos. Esta porción se tamiza después, se despre-
cia la fracción que atraviesa el tamiz de 150 micras y se pesa el resto (C).

15

20

25

El tanto por ciento de friabilidad viene dado por la fórmula:

$$100 \left[\frac{B-C}{B} - \frac{A}{W} \right] \%$$

30



1

TABLA IV

| <u>Canti- dad</u> | <u>Agente de revestimiento Producto de condensación de</u> | <u>Friabilidad % del Perborato Percarbonato</u> |
|-----------------------|--|---|
| - | - | 15,9 4,7 |
| 5 | 1 % PEG 300 ácido esteárico | 12,1 3,1 |
| | 3 % PEG 300 ácido esteárico | 6,2 1,4 |
| | 5 % PEG 300 ácido esteárico | 0,3 0,9 |
| | 5 % PEG 1000 ácido esteárico | 0,8 1,5 |
| | 5 % PEG 1000 ácido oleico | 1,0 1,0 |
| 10 | 5 % PEG 1000 ácido láurico | 1,3 1,2 |

Puede observarse en lo anterior que la resistencia a la atrición del percarbonato y del perborato aumenta por recubrimiento con los agentes de revestimiento y las cantidades antes ilustrados.

15

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

REIVINDICACIONES

20

1.- Un procedimiento para la producción de un percompuesto en partículas que es resistente a la abrasión y a la descomposición inducida durante el almacenamiento en una composición detergente que comprende la etapa de revestir la superficie del percompuesto en partículas con al menos 0'2% en peso de un producto de condensación de una cadena larga de ácidos grasos y un poli (alquilenglicol) que tiene un peso molecular medio entre 200 y 2000 como agente de revestimiento.

25

2.- Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el agente de revestimiento tiene un peso molecular medio entre 300 y 1700.

30



1

3.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores caracterizado porque el ácido graso contiene de 8 a 26, preferiblemente de 12 a 22 átomos de carbono.

5

4.- Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el agente de revestimiento comprende un producto de monocondensación de polietilenglicol con un peso molecular medio entre 250 y 1500 y ácido esteárico.

10

5.- Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque contiene entre el 0'2% y 5% de agente de revestimiento con un punto de fusión de menos de 25°C.

15

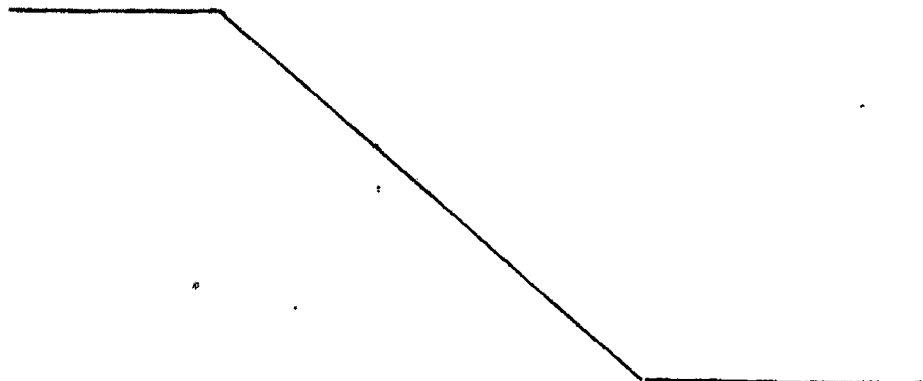
6.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque contiene hasta un 25% en peso de un agente de revestimiento con un punto de fusión de al menos 25° C y preferiblemente de por lo menos 30° C.

20

7.- Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita por: UN PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE UN PERCOMPUESTO EN PARTICULAS.

23

30





1

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente Memoria descriptiva que consta de diecinueve - páginas mecanografiadas.

5

Madrid, 26 Julio de 1.973

BERNARDO UNGRIA

P. P.

10

15

20

25

30