



No. 11-159192- -00000-0000

Fecha: 2011-11-22 11:09:46 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 378 FASENACIONALI
Act. 411 PRESENTACION Folios: 69



Industria y Comercio

SUPERINTENDENCIA

DELEGATURA DE PROPIEDAD INDUSTRIAL

División de Nuevas Creaciones

SOLICITUD

PATENTE DE INVENCION

21. EXPEDIENTE No. _____

54. TÍTULO MEZCLA DE POLVO DE SAL DE METAL SULFONATO ESTER ALQUILICO ACIDO
GRASO Y METODO DE PRODUCTIRLA

51. CLASIFICACIÓN INTERNACIONAL _____

71. SOLICITANTE LION CORPORATION

DOMICILIO TOKYO JAPON

74. APODERADO LUZ CLEMENCIA DE PAEZ
C.C. 35,456,344 de Usaquén

22. BOGOTÁ, D. C., _____

 Industria y Comercio SUPERINTENDENCIA	PETITORIO SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO  No. 11-159192- -00000-0000 Fecha: 2011-11-22 11:09:46 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 378 FASENACIONALI Act. 411 PRESENTACION Folios: 69
FORMULARIO UNICO DE SOLICITUD DE PATENTE PCT ENTRADA EN FASE NACIONAL	
1 ☒ Patente de Invención. ☒ Capítulo I. ☐ Patente de Modelo de Utilidad. ☐ Capítulo II.	
2 SOLICITANTE (71)	Nombre: LION CORPORATION Sociedad constituida y existente bajo las leyes de Japón. Dirección: 3-7, Honjo 1-chome, Sumida-ku, Tokyo 1308644, Japón Domicilio: Tokyo, Japón IDENTIFICACIÓN C.C. ☐ NIT ☐ C.E. ☐ Otro ☐ Cual _____ Número _____
3 REPRESENTANTE O APODERADO	Nombre: LUZ CLEMENCIA DE PAEZ Dirección: Carrera 4ª. No. 72-35 Teléfono: 347 36 11 Fax: 211 86 50 E-mail: clientes@cavelier.com Domicilio: Bogotá, Colombia. IDENTIFICACIÓN C.C. ☒ NIT ☐ C.E. ☐ Otro ☐ Cual _____ Número <u>35.456.344</u> T.P <u>23.555</u>
4 INVENTOR (ES) (72)	1. Daisuke NEGISHI c/o LION Corporation, 3-7, Honjo 1-chome, Sumida-ku, Tokyo 1308644, Japón 3. Yuki NISHIYAMA c/o LION Corporation, 3-7, Honjo 1-chome, Sumida-ku, Tokyo 1308644, Japón 5. Kenji MORIMURA c/o LION Corporation, 3-7, Honjo 1-chome, Sumida-ku, Tokyo 1308644, Japón 2. Masahiko MATSUBARA c/o LION Corporation, 3-7, Honjo 1-chome, Sumida-ku, Tokyo 1308644, Japón 4. Kensuke ITAKURA c/o LION Corporation, 3-7, Honjo 1-chome, Sumida-ku, Tokyo 1308644, Japón
5 PCT (86) Solicitud Internacional No. <u>PCT/JP2010/057137</u> Fecha: <u>22 de abril de 2010</u> Publicación Internacional No. <u>WO 2010/123060 A1</u> Fecha: <u>28 de octubre de 2010</u>	
6 Título (54) <u>MEZCLA DE POLVO DE SAL DE METAL SULFONATO DE ÉSTER ALQUÍLICO DE</u> <u>ÁCIDO GRASO Y MÉTODO DE PRODUCIRLA</u>	
7 Clasificación Internacional (51) <u>C11D 001/028</u>	

8	Prioridad SI ☒ NO ☐	(33) País de Origen	(32) Fecha	(31) Número de Solicitud
		JP	22 de abril de 2009	2009-104010

9

Comprobante de pago No.: 11-108562

Fecha: 08 de noviembre de 2011

10

Anexos:

☒

Comprobante de pago de la tasa de presentación de la solicitud por \$ 571.000.oo.

☐

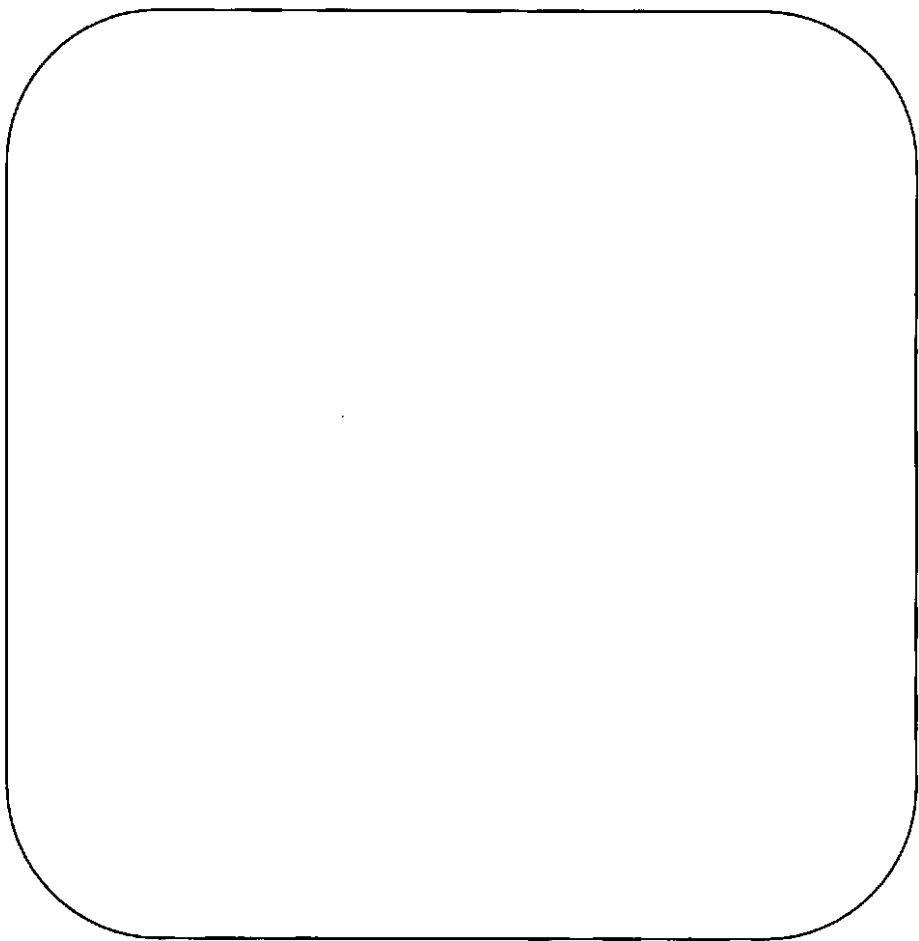
Comprobante de pago por reivindicaciones adicionales después de la décima reivindicación por.

☐

Documento que acredita la existencia y representación legal cuando el solicitante sea persona jurídica.☐☐☐☐☒☒☐☐☐☐☐☐☐☒

11

FIGURA CARACTERÍSTICA



12

Solicito la concesión de la patente,

NOMBRE: LUZ CLEMENCIA DE PAEZ

FIRMA : Luz Clemencia de Paez

C.C. 35.456.344 de Usaquén T.P. 23.555

SCT

DOCUMENTOS ANEXOS

1. ☒ Publicación Internacional WO 2010/123060 A1

Descripción:

Páginas 42 en español

Reivindicaciones: Número (s) 8

Figuras: Número (s) 12

2. ☒ **Forma PCT/ISA/210.** Informe de Búsqueda Internacional.

3. ☒ Extracto de publicación.

**NO SE REALIZARON MODIFICACIONES EN LA FASE
INTERNACIONAL**

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局(43) 国際公開日
2010 年 10 月 28 日(28.10.2010)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 2010/123060 A1

- (51) 国際特許分類:
C11D 1/28 (2006.01) C11D 11/00 (2006.01)
C07C 303/32 (2006.01) C11D 17/06 (2006.01)
C07C 309/17 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2010/057137
- (22) 国際出願日: 2010 年 4 月 22 日(22.04.2010)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2009-104010 2009 年 4 月 22 日(22.04.2009) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): ライオン株式会社 (LION Corporation) [JP/JP]; 〒1308644 東京都墨田区本所 1 丁目 3 番 7 号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 根岸 大介 (NEGISHI Daisuke) [JP/JP]; 〒1308644 東京都墨田区本所 1 丁目 3 番 7 号 ライオン株式会社内 Tokyo (JP). 松原 雅彦 (MATSUBARA Masahiko) [JP/JP]; 〒1308644 東京都墨田区本所 1 丁目 3 番 7 号 ライオン株式会社内 Tokyo (JP). 西山 佑樹 (NISHIYAMA Yuki) [JP/JP]; 〒1308644 東京都墨田区本所 1 丁目 3 番 7 号 ライオン株式会社内 Tokyo (JP). 板倉 健介 (ITAKURA Kensuke) [JP/JP]; 〒1308644 東京都墨田区本所 1 丁目 3 番 7 号 ライオン株式会社内 Tokyo (JP). 森村 賢二 (MORIMURA Kenji) [JP/JP]; 〒1308644 東京

- 都墨田区本所 1 丁目 3 番 7 号 ライオン株式会社内 Tokyo (JP).
- (74) 代理人: 辻居 幸一, 外(TSUJII Koichi et al.); 〒1008355 東京都千代田区丸の内 3 丁目 3 番 1 号 新東京ビル 中村合同特許法律事務所 Tokyo (JP).
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.
- (84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

— 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

(54) Title: FATTY ACID ALKYL ESTER SULFONATE METAL SALT POWDER MIXTURE AND MANUFACTURING METHOD THEREFOR

(54) 発明の名称: 脂肪酸アルキルエステルスルホナート金属塩粉末混合物及びその製造方法

(57) Abstract: Provided is a fatty acid alkyl ester sulfonate metal salt mixture comprising: (a) a fatty acid alkyl ester sulfonate metal salt for which the heat-absorption peak area between 50°C and 130°C is less than 50% of the total absorption peak area between 0°C and 130°C, as measured by a differential scanning thermal analyzer; and (b) a fatty acid alkyl ester sulfonate metal salt for which the heat-absorption peak area between 50°C and 130°C is at least 50% of the total absorption peak area between 0°C and 130°C, as measured by a differential scanning thermal analyzer. The mass ratio of (a) to (b) is at most 95:5. This mixture has excellent caking resistance.

(57) 要約: 本発明により、(a)示差走査熱分析計を用いて測定される、0~130°Cにおける全吸収ピーク面積に対する 50~130°Cにおける熱吸収ピーク面積が、50%未満である脂肪酸アルキルエステルスルホナート金属塩と、(b)示差走査熱分析計を用いて測定される、0~130°Cにおける全吸収ピーク面積に対する 50~130°Cにおける熱吸収ピーク面積が、50%以上である脂肪酸アルキルエステルスルホナート金属塩とからなり、(a)と(b)との質量比が 95/5 以下である脂肪酸アルキルエステルスルホナート金属塩混合物を提供する。本発明の混合物は、耐固結性に優れる。

WO 2010/123060 A1

Especificación

TÍTULO DE LA INVENCION

Mezcla de Polvo de Sal de Metal Sulfonato de Éster Alquílico de Ácido Graso y
Método de Producirla

CAMPO DE LA INVENCION

La presente invención se refiere a una mezcla de polvo de una sal de metal sulfonato de éster alquílico de ácido graso y a un método para producir la mezcla ya mencionada.

ARTE PREVIO DE LA INVENCION

La sal de metal sulfonato de éster alquílico de ácido graso se denomina también como sal de éster alquílico de ácido graso α -sulfo o sal α -SF, la cual se utiliza principalmente como el material para detergentes granulares para ropa (WO2004/111166). La sal de éster metílico (MES - *methyl ester salt*) es la más ampliamente usada como el material para detergentes granulares.

Para producir el detergente granular, por ejemplo, la sal α -SF en una forma de suspensión se concentra para obtener un sólido y, luego, el sólido se muele para obtener polvos. Esos polvos se combinan en seco con otros surfactantes, mejoradores de detergente y similares, produciendo así el detergente granular. Cuando la sal α -SF se transporta al sitio para combinación en seco, la sal α -SF en forma sólida, tal como hojuelas o gránulos, es más conveniente que la sal en forma líquida, tal como una pasta o concentrado.

Sin embargo, los productos sólidos pueden causar aglomeración para formar apelmazamientos bajo las circunstancias de carga pesada o temperaturas elevadas

7

durante el transporte. Esto impedirá el proceso posterior al transporte y empeorará las propiedades de manipulación.

Por consiguiente, es necesario evitar que los materiales sólidos de la sal α -SF se consoliden unos con otros y formen apelmazamientos.

SUMARIO DE LA INVENCION

[Problema Técnico]

Por consiguiente, un primer objeto de la invención es proveer una sal α -SF con propiedades mejoradas anti-compactantes.

Otro objeto de la invención es proveer una composición detergente que contiene una sal α -SF con propiedades mejoradas anti-compactantes.

Un objeto adicional de la invención es proveer un método para producir una sal α -SF con propiedades mejoradas anti-compactantes.

[Solución al Problema]

Como resultado de estudios intensivos, los inventores de la presente invención descubrieron que un tratamiento particular puede convertir la sal α -SF en un novedoso estado cristalino con una estructura estable que es difícil de apelmazar. Cuando se permite que la sal α -SF en el estado cristalino estable ya mencionado co-exista con la sal α -SF en un estado cristalino meta-estable en una relación especificada, se descubre que los efectos resultantes son similares a los obtenibles en el caso en que la sal α -SF en estado cristalino estable existe sola.

Por consiguiente, la invención provee una mezcla de sal de metal sulfonato de

éster alquílico de ácido graso que se compone de:

(a) una sal de metal sulfonato de éster alquílico de ácido graso que tiene un área de pico endotérmico a 50 a 130°C de menos de 50%, relativa al área total de pico endotérmico a 0 a 130°C, medida en un calorímetro diferencial de barrido, y

(b) una sal de metal sulfonato de éster alquílico de ácido graso que tiene un área de pico endotérmico a 50 a 130°C de 50% o más, relativa al área total de pico endotérmico a 0 a 130°C, medida en un calorímetro diferencial de barrido,

con una relación de (a) a (b) en masa de 95/5 o menos.

La invención provee asimismo una composición detergente que contiene la mezcla de sal de metal sulfonato de éster alquílico de ácido graso ya mencionada.

Además, la invención provee un método para producir una mezcla de polvo de sal de metal sulfonato de éster alquílico de ácido graso, método que incluye los pasos de:

mezclar (a) una sal de metal sulfonato de éster alquílico de ácido graso que tiene un área de pico endotérmico a 50 a 130°C de menos de 50%, relativa al área total de pico endotérmico a 0 a 130°C, medida en un calorímetro diferencial de barrido, y

(b) una sal de metal sulfonato de éster alquílico de ácido graso que tiene un área de pico endotérmico a 50 a 130°C de 50% o más, relativa al área total de pico endotérmico a 0 a 130°C, medida en un calorímetro diferencial de barrido, y

pulverizar la mezcla para obtener la mezcla de polvo de sal de metal sulfonato de éster alquílico de ácido graso con una relación de (a) a (b) en masa de 95/5 o menos, en donde el paso de mezclar y el paso de pulverizar pueden llevarse a cabo en el orden inverso.

De acuerdo con la invención, es posible obtener la sal α -SF con propiedades mejoradas anti-compactantes. La sal α -SF de acuerdo con la invención muestra además una fluidez excelente.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

Fig. 1 es un diagrama que muestra los picos de difracción de rayos X de una MES sólida meta-estable.

Fig. 2 es un diagrama que muestra los picos DSC de una MES sólida meta-estable.

Fig. 3 muestra los picos DSC de una MES cristalina (MES sólida estable) incluida en la invención. Fig. 3-1 es un diagrama que muestra los picos DSC de una MES cristalina obtenidos dejando reposar la MES sólida meta-estable, con un contenido de agua de 1.9%, a 35°C durante 4 semanas; y Fig. 3-2 es un diagrama que muestra los picos DSC de una MES cristalina, obtenida dejando reposar la MES sólida meta-estable, con un contenido de agua de 3.3%, a 35°C durante 4 semanas.

Fig. 4 es un diagrama esquemático que muestra los valores iniciales utilizados como la referencia para calcular la endoterma y explicar el modo de dividir el pico.

Fig. 5 es un diagrama que muestra picos de difracción de rayos X de una MES cristalina incluida en la invención.

Fig. 6 es una serie de fotografías microscópicas que muestran una MES cristalina incluida en la invención. La altura de la fotografía microscópica

corresponde a 750 μm y su ancho corresponde a 1000 μm .

Fig. 7 es un diagrama que muestra los picos DSC de una MES sólida meta-estable (muestra No. 1).

Fig. 8 es un diagrama que muestra los picos DSC de una mezcla de una MES sólida meta-estable y una MES sólida estable (mezcla No. 2, sólida meta-estable/sólida estable = 59/41).

Fig. 9 es un diagrama que muestra los picos DSC de una mezcla de MES sólida meta-estable y una MES sólida estable (muestra No. 3, sólida meta-estable/sólida estable = 43/57).

Fig. 10 es un diagrama que muestra los picos DSC de una mezcla de una MES sólida meta-estable y una MES sólida estable (muestra No. 4, sólida meta-estable/sólida estable = 13/87).

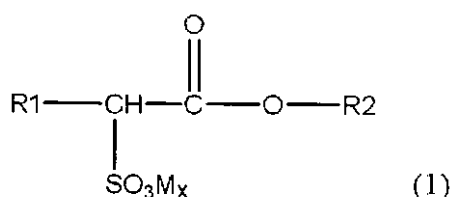
Fig. 11 es un diagrama que muestra los picos DSC de una MES sólida estable (muestra No. 5).

Fig. 12 es una vista esquemática que muestra un recipiente para determinar el ángulo de reposo.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

[Sal α -SF]

La sal α -SF se representa por la siguiente fórmula (1):



En la fórmula (1), R^1 es un grupo alquilo o alquenilo de cadena recta o ramificada que tiene 10 a 20 átomos de carbono, preferiblemente 10 a 18 átomos de carbono y, más preferiblemente, 10 a 16 átomos de carbono; R^2 es un grupo alquilo de cadena recta o ramificada que tiene 1 a 4 átomos de carbono, preferiblemente 1 a 2 átomos de carbono; M es un ión de metal alcalino o un ión de metal alcalinotérreo, preferiblemente un ión de metal alcalino y, más preferiblemente, sodio o potasio; y X es 1 cuando M es un ión de metal alcalino, y 1/2 cuando M es un es un ión de metal alcalinotérreo.

En la invención, una clase de MES puede usarse sola, o dos o más clases pueden utilizarse como una mezcla. La última es preferible. Más preferiblemente, la mezcla puede contener un compuesto representado por la fórmula ya mencionada (1), en donde R^1 representa un grupo alquilo o alquenilo de cadena recta o ramificada que tiene 14 o 16 átomos de carbono.

La sal de metal sulfonato de éster alquílico de ácido graso ya mencionada puede prepararse por los métodos convencionales, o pueden usarse productos disponibles en el comercio.

La sal α -SF es conocida por asumir una variedad de estados cristalinos. Por ejemplo, la sal sódica de éster metílico de ácido 2-sulfopalmítico asume estados cristalinos estables, tales como un estado cristalino anhidro, dihidrato cristalino,

pentahidrato cristalino, y decahidrato cristalino. De acuerdo con lo informado, el punto de fusión del anhídrido es 112°C, y el del dihidrato ya mencionado es 70°C (M. Fujiwara, et. al., Langmuir, 13, 3345 (1997)).

[Sólido meta-estable (a) de sal α -SF]

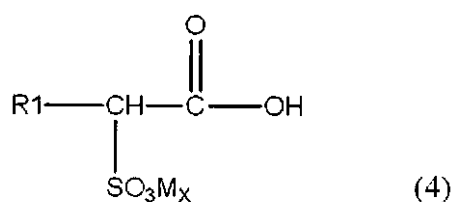
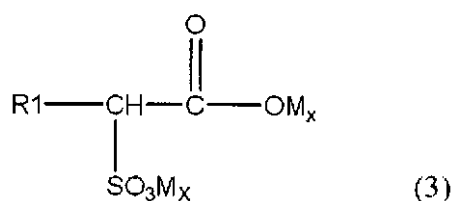
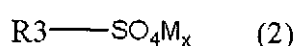
La sal α -SF sólida meta-estable utilizada en esta especificación significa la sal α -SF sólida que tiene un área de pico endotérmico (A) a 50 a 130°C de menos de 50%, relativa al área total de pico endotérmico (B) a 0 a 130°C, medida en un calorímetro diferencial de barrido. La relación del área de pico endotérmico ya mencionado (A) al área total del pico endotérmico (B) puede ser preferiblemente 40% o menos, más preferiblemente 30% o menos.

La sal α -SF sólida meta-estable puede obtenerse enfriando rápidamente la sal α -SF fundida. La sal α -SF puede utilizarse en cualquier estado cristalino. Por ejemplo, cuando la sal α -SF se funde a temperaturas entre 100°C y 150°C y luego se enfría a 0 a 40°C tres minutos o menos después de fundir, puede obtenerse la sal α -SF sólida meta-estable.

Se supone que el sólido meta-estable es un sólido formado super-enfriando el cristal líquido. La sal α -SF sólida meta-estable se caracteriza por tener una estructura cristalina con tres picos de difracción respectivamente, que tienen cimas de pico entre los espaciamientos en celdilla de 20 y 30Å, 10 y 15Å, y 3 y 5Å, cuando se determinan por difracción de rayos X (Fig. 1).

Tal estado sólido meta-estable no puede formarse fácilmente a partir de una sal α -SF pura. El estado sólido meta-estable puede formarse fácilmente cuando productos secundarios ("**side products**"), tales como sal de metal sulfato de metilo

y sal de metal sulfonato de ácido graso, están contenidos en la sal α -SF. La sal de metal sulfato de metilo puede disminuir la viscosidad de la sal α -SF en una forma de pasta, mejorando así las propiedades de manipulación. Se considera que el sólido meta-estable es un estado ventajoso en términos del proceso de fabricación porque el estado sólido puede formarse rápidamente por enfriamiento rápido. La sal de metal sulfato de metilo se representa por la siguiente fórmula (2). La sal de metal sulfonato de ácido graso se representa por la siguiente fórmula (3) o (4).



En la fórmula (2), R^3 es un grupo alquilo de cadena recta o ramificada que tiene 1 a 4 átomos de carbono; y M y X son los mismos a los definidos previamente.

En las fórmulas (3) y (4), R^1 , M y X son los mismos a los definidos previamente en la fórmula (1).

Preferiblemente, la sal α -SF sólida meta-estable se prepara de 60 a 98% en

masa de una sal de metal sulfonato de éster alquílico de ácido graso, 1 a 10% en masa de una sal de metal de sulfato de alquilo, y 1 a 10% en masa de una sal de metal sulfonato de ácido graso. Cuando el contenido de la sal α -SF es menor que 60% en masa, Las propiedades físicas del sólido resultante puede estar más influenciadas por otros materiales distintos a la sal α -SF. Cuando el contenido de la sal α -SF excede 98% en masa, las propiedades físicas del sólido resultante pueden variar considerablemente para empeorar las propiedades de manipulación durante la producción. Cuando el contenido de la sal de metal sulfato de alquilo excede el 10% en masa, la tasa a la cual la sal α -SF sólida meta-estable se convierte en una forma cristalina estable disminuye significativamente. Particularmente, un compuesto representado por la fórmula (1) en donde R^1 es un grupo alquilo o alquenilo de cadena recta o ramificada, que tiene 14 átomos de carbono, puede estar contenido en una cantidad de 40% en masa o más, preferiblemente 60% en masa o más y, más preferiblemente, 80% en masa o más de la masa total de la sal de metal sulfonato de éster alquílico de ácido graso.

[Sólido estable (b) de sal α -SF]

La sal α -SF sólida estable utilizada en esta especificación significa la sal α -SF sólida que tiene un área de pico endotérmico a 50 a 130°C de 50% o más, relativa al área total de pico endotérmico en 0 a 130°C, medida en un calorímetro diferencial de barrido. La relación del área (A) de pico endotérmico ya mencionada al área total (B) de pico endotérmico puede ser preferiblemente 70% o más y, más preferiblemente, 80% o más.

Aunque la sal α -SF sólida estable se deja co-existir con la sal α -SF en cualesquiera otros estados distintos del estado sólido estable, la cantidad de sólido a fundirse puede disminuirse bajo las circunstancias de altas temperaturas, por

15

ejemplo 40°C o más. Como resultado, las propiedades de adhesión causadas por la MES sólida meta-estable pueden controlarse, reduciendo en esa forma la tendencia al apelmazamiento.

En la invención, la sal de metal sulfonato de éster alquílico de ácido graso puede exhibir propiedades anti-compactantes mejoradas, agregando el sólido estable ya mencionado (b) al sólido meta-estable (a) en una relación particular. La relación de (a) a (b), es decir, (a)/(b), es 95/5 o menos, preferiblemente 80/20 o menos, más preferiblemente 75/25 o menos y, aún más preferiblemente, 70/30 o menos.

Desde el punto de vista de la fluidez, el límite inferior de la relación (a)/(b) es preferiblemente 5/95 o más, más preferiblemente 20/80 o más y, aún más preferiblemente, 25/75 o más.

El residuo de ácido graso para constituir el sólido meta-estable ya mencionado (a) y aquel para el sólido estable ya mencionado (b) pueden tener el mismo o diferente número de átomos de carbono.

La sal α -SF sólida estable puede prepararse, por ejemplo, de acuerdo con cualquiera de los siguientes métodos (I) a (III).

(I) La sal α -SF sólida meta-estable se mantiene a 30°C o más durante por lo menos 48 horas bajo presión de 20.000 Pa o menos.

(II) La sal α -SF sólida meta-estable se funde, y el fundido obtenido se mantiene durante 5 minutos o más a temperaturas entre el punto de fusión de la sal de metal

sólida meta-estable ya mencionada y el punto de fusión del sólido estable ya mencionado.

(III) La sal α -SF sólida meta-estable se funde y se aplica una fuerza de corte al fundido obtenido a una velocidad de corte de 100 (1/s) o más, a temperaturas entre el punto de fusión de la sal de metal sólida meta-estable ya mencionada y 80°C.

La conversión de la sal α -SF en un estado sólido estable, o cristalizar la sal α -SF se designará como "envejecimiento".

<Método (I) para convertir en sólido estable >

Cuando se mantiene a temperaturas de menos de 30°C, la sal α -SF sólida meta-estable puede convertirse en el estado sólido estable, pero en forma extremadamente lenta. Por consiguiente, es deseable mantener el sólido meta-estable a 40°C o menos. Cuando se mantiene a temperaturas de más de 40°C, se descubre que el sólido meta-estable se funde ligeramente y, por consiguiente, la sal α -SF sólida meta-estable tiende desfavorablemente a fusionarse entre sí, lo cual puede formar apelmazamientos durante el almacenamiento. La temperatura a la cual se mantiene el sólido meta-estable no se requiere necesariamente que sea constante, siempre y cuando sea 30°C o más. Por ejemplo, son aceptables un calentamiento y enfriamiento intermitentes. La forma de graduar la temperatura no está limitada particularmente. Por ejemplo, una vez puesta la sal α -SF en un recipiente, el ambiente exterior del recipiente puede ajustarse a la temperatura especificada. Alternativamente, el recipiente mismo puede controlarse a la temperatura especificada, o puede introducirse en el recipiente una corriente de aire de la temperatura especificada. Es posible utilizar como el recipiente un silo, una bolsa recipiente flexible, tambor, bolsa de papel kraft,

bolsa de polietileno o similares.

Una presión de más de 20.000 Pa puede causar apelmazamiento mientras se mantiene. Prácticamente, mientras la sal α -SF se envasa en el recipiente para almacenamiento, debido al peso de la sal α -SF en sí, se ejercerá inevitablemente presión, especialmente en la parte inferior del recipiente. La presión utilizada en esta especificación significa una presión a ejercerse en la superficie del fondo, que se define por la siguiente fórmula: presión (Pa) = masa (kg) empacada en un recipiente x aceleración de gravedad g (m/s^2) / área de la base (m^2) del recipiente. Es deseable mantener la sal α -SF sólida meta-estable bajo 12.000 Pa o menos. Es aún más preferible mantener la sal α -SF sólida meta-estable bajo la aplicación de 500 a 8.000 Pa.

Cuando el tiempo de mantenimiento es menor que 48 horas, la conversión del sólido meta-estable en la forma cristalina puede ser insuficiente. El tiempo de mantenimiento es seis semanas como máximo, preferiblemente 72 horas o más.

Mientras la sal α -SF se mantiene bajo las condiciones ya mencionadas, el recipiente que contiene la sal α -SF en él puede sellarse herméticamente o dejarse abierto. Si el recipiente se deja abierto, debe evitarse el contacto con aire húmedo en consideración de los efectos de absorción de humedad.

En particular, es preferible mantener a 30 a 35°C y 3.000 a 7.000 Pa durante 200 a 400 horas.

El punto de fusión de la sal α -SF sólida estable obtenible es tan alto como 50°C o más, de manera que el material sólido no se funda fácilmente incluso cuando se

almacena a temperaturas elevadas.

<Método (II) para convertir en sólido estable >

La temperatura del proceso ya mencionado (II) puede determinarse a partir de los puntos de fusión del sólido meta-estable y el cristal. Los puntos de fusión del sólido meta-estable y el cristal pueden obtenerse por anticipado usando un calorímetro diferencial de barrido (DSC).

Por ejemplo, cuando se usa como materia prima la sal α -SF representada por la fórmula (1) ya mencionada, el fundido se mantiene preferiblemente a temperaturas de 40°C o más y menores que 90°C, más preferiblemente 50°C o más y menores que 80°C. Cuando la temperatura no está dentro del rango ya mencionado, puede ser difícil generar una forma cristalina en un corto tiempo. Además, cuando el tiempo de mantenimiento es menor que 5 minutos, el material sólido puede no alcanzar tal estado estable, como se especifica por el DSC. En particular, el fundido puede mantenerse preferiblemente a 55 a 75°C durante 10 a 500 minutos.

<Método (III) para convertir en sólido estable>

De acuerdo con el método ya mencionado (II), una sal α -SF sólida puede obtenerse dejando reposar el fundido de sal α -SF a una temperatura predeterminada durante un tiempo dado. En el método (III), se aplica una fuerza de corte al fundido en lugar de dejar reposar el fundido durante un tiempo dado. La aplicación de una fuerza de corte puede acelerar la conversión en la forma cristalina.

Los medios para aplicar una fuerza de corte no están particularmente limitados, y por ejemplo, puede utilizarse una variedad de amasadores y granuladores con extrusión. Para ser más específicos; pueden emplearse los aparatos disponible en

el comercio tales como un amasador KRC fabricado por Kurimoto, Ltd., Milling Prodder fabricado por Mazzoni S.p.a y similares.

La velocidad de corte se define dividiendo la velocidad de la punta del impulsor por la tolerancia. Preferiblemente, la velocidad de corte puede ser 100 (1/s) o más, más preferiblemente 150 (1/s) o más. Cuando la velocidad de corte es menor que 100 (1/s), el rendimiento de la agitación puede ser insuficiente para transformar el material sólido en tal estado estable, como se especifica por el DSC.

Preferiblemente, la operación de corte puede llevarse a cabo durante cinco segundos o más y menos de cinco minutos. Con el tiempo de corte de menos de cinco segundos, es difícil obtener un material sólido estable. Para llevar a cabo la operación de corte durante más de cinco minutos, se necesitará un aparato de escala extremadamente grande. Particularmente, la fuerza de corte puede aplicarse con en una velocidad de corte de 200 a 5.000 (1/s) en 55 a 75°C.

[Picos DSC del sólido estable y el sólido meta-estable]

Los picos DSC de la sal α -SF cristalina son diferentes de los de la sal α -SF sólida meta-estable, los cuales se explicarán con referencia a la MES preparada de una mezcla de dos compuestos de fórmula (1), en donde R¹ tiene respectivamente 14 átomos de carbono y 16 átomos de carbono. El pico endotérmico aparece entre alrededor de 35°C y alrededor de 55°C de acuerdo con el DSC del sólido meta-estable, que muestra el pico de fusión que tiene una cima de pico entre alrededor de 40°C y alrededor de 50°C (Fig. 2). En contraste con esto, el pico endotérmico se observa sobre alrededor de 50°C en el DSC de la MES cristalina (Fig. 3). Cuando se compara Fig. 3 con Fig. 2, la MES que presenta una estructura cristalina tiene menos picos alrededor de 40 a 50°C, como se muestra en Fig. 3, y se

dice que es más estable sobre el rango de temperatura más alta, en contraste con la MES sólida meta-estable, como se muestra en Fig. 2. Además, en la MES cristalina se observan una pluralidad de picos que aparecen entre alrededor de 50°C y alrededor de 70°C y entre alrededor de 70°C y alrededor de 90°C como los picos endotérmicos, y el valor absoluto del último pico endotérmico es más alto cuando el contenido de agua es menor (Fig. 3-1 y Fig. 3-2).

La relación de A a B, como se especifica por la invención, se determina poniendo una muestra para análisis en una cazoleta de aluminio o una cazoleta de acero inoxidable y midiendo la endoterma y la exoterma a una determinada velocidad de calentamiento, usando un calorímetro diferencial de barrido. Bajo ciertas circunstancias, pueden observarse picos exotérmicos a temperaturas de 100°C o menos. En este caso, el valor A se obtiene restando la exoterma de la endoterma sobre 50°C. De manera semejante, para el valor B, una endoterma total se obtiene restando el valor absoluto de la exoterma de los picos exotérmicos de la endoterma de los picos endotérmicos.

La endoterma se calcula con referencia a un valor inicial, que se define por la línea recta obtenida uniendo segmentos de línea recta antes y después del pico endotérmico.

Con referencia a un diagrama mostrado en Fig. 4, los especialistas en el arte podrían entender fácilmente cómo determinar el valor inicial y cómo dividir el pico.

El punto de fusión se define por un valor de cima de pico. Por ejemplo, el punto de fusión del sólido meta-estable se define por una cima de pico que aparece alrededor de temperaturas de 50°C o menos, como se muestra in Fig. 2. El punto

de fusión del sólido de la MES cristalina se define como una temperatura correspondiente a una cima de pico que aparece en una región de temperatura más elevada, es decir, entre 50°C y 130°C. Específicamente, el pico en Fig. 3-1 y el pico de la región de temperatura más elevada en Fig. 3-2 son respectivamente 88°C y 78°C. El punto de fusión del sólido de MES cristalina varía dependiendo del contenido de agua y otros componentes contenidos en la MES. Con la conversión del sólido meta-estable en la forma cristalina de MES, el pico en la región de temperatura más elevada se cambia. Además, para determinar el punto de fusión de la MES cristalina, se lleva a cabo la misma medición por el DSC utilizando una celda que contiene en ella una muestra apropiada. El punto de fusión de la MES cristalina se considera como la temperatura correspondiente a la cima de pico que aparece a la temperatura máxima entre los picos cuyas intensidades son 10% o más, relativas a la del pico máximo. Si el punto de fusión no es definitivo, la medición puede conducirse después de almacenar la muestra a 45°C durante una semana. Este proceso puede determinar claramente el punto de fusión.

En cuanto al calorímetro diferencial de barrido, pueden utilizarse cualesquiera calorímetros diferenciales de barrido disponibles en el comercio, incluyendo el tipo de compensación de energía y el tipo flujo de calor. Por ejemplo, pueden emplearse los calorímetros disponibles en el comercio tales como Diamond DSC (Perkin Elmer Inc.), EXSTAR 6000 (Seiko Instruments Inc.) y similares. Como la cazoleta de la muestra, puede utilizarse una cazoleta de plata, una cazoleta de aluminio o una cazoleta de acero inoxidable. La tasa de calentamiento es preferiblemente 1 a 2°C/min. Cuando la tasa de calentamiento es menor que la tasa ya mencionada, se incrementará el ruido. Si la tasa de calentamiento se vuelve más rápida, la detección de picos de minutos puede hacerse imposible.

22

Cuando la MES cristalina se somete a difracción de rayos X, se detectan múltiples reflexiones, resultantes probablemente de la estructura cristalina (Fig. 5). A la luz de esto, se considera que la MES cristalina forma un cristal molecular con una estructura general de Bravais. Sería fácil distinguir si la MES asume la forma de cristal o el estado sólido meta-estable porque la difracción de rayos X (Fig. 1) de la MES sólida meta-estable que muestra tres picos de reflexión amplios es aparentemente diferente de la de la MES cristalina.

Es asimismo posible observar la sal α -SF cristalina empleando un microscopio, aunque eso depende del proceso de crecimiento de los cristales. Cuando la MES en un estado meta-estable se funde, seguida por un enfriamiento rápido, se observa una fase sólida con una polarización homogénea, como se muestra en Fig. 6-1. Cuando la MES se funde y luego se deja reposar a 60°C, los cristales crecen y se observan entonces cristales de agujas (Fig. 6-2), y por lo menos los cristales de agujas se vuelven predominantes (Fig. 6-3). Los cristales pueden crecer concéntricamente, con el cristal semilla como el punto central, como se muestra en esta figura, o los cristales de agujas pueden crecer homogéneamente.

Los resultados del DSC, difracción de rayos X y observación microscópica pueden demostrar que la MES cristalina es inconfundiblemente diferente de la MES meta-estable conocida en la condición físico-química. Se dice asimismo que la presencia de la forma cristalina puede reconocerse por el DSC y la difracción de rayos X.

La sal α -SF cristalina de acuerdo con la invención puede tener preferiblemente un contenido de agua de 10% o menos, más preferiblemente 5% o menos. Cuando el contenido de agua excede el 10%, la estabilidad de preservación de la sal α -SF

cristalina de acuerdo con la invención tenderá a deteriorarse. Esto aumentará las propiedades de adhesión a temperaturas bajas, y, por consiguiente, el grado de mejoramiento en las propiedades de almacenamiento y capacidad de transporte puede disminuir drásticamente. El límite inferior es preferiblemente 0.5% o más.

[Mezcla de sal α -SF]

La mezcla de sal α -SF de acuerdo con la invención puede usarse en varias formas, preferiblemente en la forma de hojuelas o partículas. Las partículas pueden asumir varias formas tales como polvos, gránulos, fideos, productos molidos de los anteriores, y similares. Preferiblemente, el sólido estable y el sólido meta-estable pueden estar ambos en la forma de polvos, que tienen casi los mismos diámetros de partícula.

Cuando la sal α -SF de la invención está en la forma de hojuelas o partículas, el diámetro medio de partícula, que se definirá posteriormente, puede ser preferiblemente por lo menos 3 mm, más preferiblemente 5 mm o más y 100 mm o menos. Cuando el diámetro medio de partícula es menor que 3 mm, aumentan el número de puntos de contacto y el área de contacto, de manera que las partículas no pueden resistir la mayor adhesión entre las superficies de las partículas para tender fácilmente a inducir apelmazamiento con el incremento de temperatura. En el caso en el que se supone que el diámetro medio de partícula es 3 mm o más, el diámetro medio de partícula se determina por el siguiente método. Se supone que el eje que tiene una longitud máxima de una hojuela o partícula es X; el eje de una sección transversal que tiene una longitud máxima, perpendicular al eje X se supone que es Y; el eje perpendicular a los dos ejes X y Y se supone que es Z. El diámetro obtenido promediando el total de la longitud máxima de X, la longitud máxima de Y y la longitud del eje Z se considera como un diámetro característico de una partícula.

Los diámetros característicos de 50 o más hojuelas o partículas se miden y se obtiene el diámetro de partícula medio ponderado. Con respecto a las hojuelas o partículas que incluyen aquellas con un diámetro de partícula de menos de 3 mm, las hojuelas o partículas se someten a cribado en seco de acuerdo con JIS Z8815 y el porcentaje de distribución acumulada de tamaño inferior a lo especificado se grafica en la carta de Rosin-Rammler. El diámetro medio de partícula se considera como el que indica el porcentaje de 50%, el cual se añade al porcentaje a describirse más tarde como el valor medio ponderado.

Los gránulos y fideos pueden producirse en tal manera que el producto que contiene la sal fundida de metal sulfonato de éster alquílico de ácido graso u hojuelas se cargan en un granulador de extrusión o amasador y luego se pasan por una boquilla o similar, que tiene un diámetro apropiado. Ejemplos del granulador por extrusión incluyen Pelleter Double y Twin Dome Granulator, fabricados por Fuji Paudal Co., Ltd., y Gear Pelletizer y Extrud-O-Mix, fabricados por Hosokawa Micron Corporation.

Cuando el producto que contiene la sal fundida de metal sulfonato de éster alquílico de ácido graso se enfría, asumirá un estado sólido. En el curso del enfriamiento, el fundido se moldea en un sólido en forma de placa usando un laminador de hojuelas de tambor, un enfriador de cinta o similares, y luego se tritura, obteniendo en esa forma hojuelas. Ejemplos del laminador de hojuelas incluyen el Drum Flaker fabricado por Katsuragi Industry. Co., Ltd., y el Drum Flaker FL fabricado por Mitsubishi Materials Corporation. Ejemplos del enfriador de cinta incluyen el Double Belt Cooler y el NR type Double Belt Cooler fabricado por Nippon Belting Co., Ltd., y un sistema de enfriamiento de doble cinta fabricado por Sandvik Materials Technology. Como el triturador, por ejemplo, puede utilizarse el Flake

Crusher FC fabricado por Hosokawa Micron Corporation o similar.

Las partículas (polvos) de una mezcla de sal α -SF pueden prepararse triturando las hojuelas, gránulos, fideos o similares, empleando un pulverizador. Ejemplos del pulverizador incluyen un molino de martillos, un molino de clavijas y similares. Como el molino de martillos, pueden usarse el Feather Mill FS fabricado por Hosokawa Micron Corporation y el Fitzmill fabricado por Fitzpatrick. Las hojuelas de sólido meta-estable (b) y las hojuelas de sólido estable (a) como se mencionó previamente pueden cargarse en un pulverizador para obtener una mezcla de polvos en el pulverizador. Alternativamente, las hojuelas de sólido meta-estable (a) y las hojuelas de sólido estable (b) pueden pulverizarse separadamente usando pulverizadores antes de combinarlas para obtener una mezcla.

La mezcla de sal α -SF de acuerdo con la invención contiene la sal α -SF cristalina. Por consiguiente, aún cuando la mezcla se someta a pulverización, puede reducirse la adhesión al pulverizador. Adicionalmente, la operación de pulverización puede llevarse a cabo a temperaturas elevadas, de manera que se hace posible obtener polvos de sal α -SF con una marcada distribución de tamaño de partícula. En este caso, pueden usarse los mismos pulverizadores que se emplean en la preparación de una sal α -SF cristalina.

En el curso de la pulverización, la temperatura interna del pulverizador no está particular limitada, pero es preferiblemente 30°C o más y 50°C o menos, más preferiblemente 30°C o más y 40°C o menos y, muy preferiblemente, 33°C o más y 38°C o menos. Cuando la temperatura interna es menor que 30°C, la distribución de tamaño de partícula del polvo obtenible se amplía y la cantidad de partículas finas puede aumentar. Cuando la temperatura interna excede 50°C, algunos polvos

pueden adherirse al pulverizador, debido a la creciente adhesión de los polvos.

Aunque la temperatura del interior del pulverizador no está particularmente limitada, la temperatura puede controlarse ajustando la temperatura del flujo de aire en el caso en el que el flujo de aire se introduzca en el pulverizador en el curso de la pulverización. Alternativamente, incluso si el flujo de aire no se introduce en el pulverizador, la temperatura interna del pulverizador puede controlarse ajustando la temperatura de las hojuelas o manteniendo la temperatura externa del pulverizador. El interior del pulverizador usado en esta especificación significa la parte interna del recipiente que encierra y contiene una porción en la que la cuchilla, martillo o similar se impulsa para pulverizar efectivamente las hojuelas o similares.

En particular, la pulverización puede llevarse a cabo proveyéndose una criba. La criba con un diámetro de poro de 2 mm se usa cuando se espera el aumento de partículas gruesas; y la criba con un diámetro de poro de 3 mm se emplea cuando se espera el aumento de partículas finas. Naturalmente, el tamaño de partícula obtenido se vuelve mayor utilizando la criba con poros más grandes; y menor empleando la criba con poros más pequeños.

Los inventores descubrieron que la cantidad de polvos gruesos puede reducirse especialmente aumentando el número de revoluciones (es decir, la velocidad periférica) en la operación de pulverización. Es preferible llevar a cabo la operación de pulverización a 200 a 8000 rpm, más preferiblemente 600 a 5000 rpm. El tamaño de partícula tiende a disminuir con el aumento del número de revoluciones, mientras que el tamaño de partícula tiende a aumentar con la disminución del número de revoluciones. La velocidad periférica (es decir, la velocidad periférica de las puntas de las cuchillas giratorias) puede estar preferiblemente en el rango de 20

a 70 m/s, más preferiblemente 30 a 60 m/s y, muy preferiblemente, 35 a 55 m/s.

El tiempo de pulverización es generalmente de cinco segundos a cinco minutos.

El pulverizador de etapas múltiples puede utilizarse donde las unidades pulverizadoras se montan en serie o en paralelo.

Los polvos de la mezcla de sal α -SF de acuerdo con la invención pueden obtenerse igualmente sometiendo el sólido estable (a) y el sólido meta-estable (b) ya mencionados el método de granulación con agitación convencional o el método de granulación con amasado-trituración.

Particularmente, cuando se emplea el método de granulación con amasado-trituración, es ventajoso llevar a cabo el proceso de granulación con la adición de polvos inorgánicos, a describirse posteriormente, en consideración de la solubilidad de los polvos obtenibles de la mezcla de sal α -SF. Se utiliza preferiblemente zeolita como el polvo inorgánico,. El uso del sólido estable (a) y el sólido meta-estable (b) ya mencionados puede debilitar la adhesión de la superficie del producto extruido inmediatamente después del amasado y la extrusión y, por consiguiente, puede evitarse la coalescencia del producto extruido. Esto llevará a una operación de enfriamiento efectivo para mejorar la capacidad de producción.

Cuando los polvos de una mezcla de sal α -SF de acuerdo con la invención se obtienen por el método de granulación con agitación o el método de granulación con amasado-trituración, la relación (en masa) del sólido estable (a) al sólido meta-estable (b) en los polvos obtenidos de la mezcla de sal α -SF puede volverse más grande que la relación (en masa) del sólido estable (a) al sólido meta-estable (b)

antes de mezclar. Sin querer entrar en limitaciones teóricas, se supone que el sólido meta-estable se convierte en sólido estable cuando la energía generada por la granulación con agitación o la granulación con amasado-trituración se aplica al sólido meta-estable y, por consiguiente, se supone que la cantidad de sólido estable aumenta. La relación del sólido estable (a) al sólido meta-estable (b) en los polvos obtenidos de la mezcla de sal α -SF puede fijarse dentro del rango como se especifica por la invención, controlando apropiadamente las condiciones de granulación con agitación o granulación con amasado-trituración, incluyendo la temperatura, tiempo y similares. Cuando se emplea el método de granulación con amasado-trituración, es preferible la aplicación de una fuerza de corte a una velocidad de corte como se menciona en la sección de <Método (III) para convertir en sólido estable>. En particular, la fuerza de corte puede aplicarse preferiblemente a una velocidad de corte de 200 a 5000 (1/s) a 55 a 75°C. La relación del sólido estable (a) al sólido meta-estable (b) en la mezcla puede determinarse utilizando el calorímetro diferencial de barrido, como se menciona anteriormente.

De acuerdo con la distribución del tamaño de partícula de la mezcla en polvo de sal α -SF de la invención, la fracción de "1000 μm on" puede ser preferiblemente 50% en masa o menos, más preferiblemente 8% en masa o menos; y la fracción de "149 μm pass" puede ser preferiblemente 10% en masa o menos, más preferiblemente 8% en masa o menos. La distribución de tamaño de partícula ya mencionada es ventajosa en términos de la solubilidad. La distribución de tamaño de partícula puede determinarse en la misma manera como se describe previamente en el porcentaje de frecuencia en masa.

Cuando no se aplica algún recubrimiento a los polvos, la mezcla de sal α -SF de

acuerdo con la invención puede tener preferiblemente un diámetro medio de partícula de 300 a 3000 μm , más preferiblemente 400 a 600 μm . El diámetro medio de partícula dentro del rango ya mencionado es ventajoso en términos de la solubilidad.

La mezcla en polvo de sal α -SF de acuerdo con la invención puede tener preferiblemente una densidad aparente de 0.55 a 0.75 kg/L, más preferiblemente 0.60 a 0.70 kg/L. Se prefiere la densidad aparente dentro del rango ya mencionado debido a las ventajas de ahorro de espacio y excelente solubilidad. La densidad aparente puede determinarse de acuerdo con la JIS K 3362: 1998.

En el curso de la producción de la mezcla en polvo de la sal α -SF de acuerdo con la invención, el paso de pulverizar puede llevarse a cabo con la adición de polvo inorgánico. Puede emplearse sin restricciones un polvo inorgánico que generalmente se utiliza para la producción de composiciones detergentes granulares. Puede usarse el polvo inorgánico con un diámetro medio de partícula de 0.1 a 100 μm , preferiblemente 0.5 a 50 μm y, más preferiblemente, 0.5 a 30 μm . Cuando el diámetro medio de partícula del polvo inorgánico es menor que 0.1 μm , pueden empeorar en algunos casos las propiedades de generación de polvo. Con el diámetro medio de partícula de más de 100 μm , el polvo mezclado puede volverse heterogéneo mediante separación por tamaño durante el tiempo de almacenamiento.

El diámetro medio de partícula del polvo inorgánico puede determinarse utilizando un analizador de tamaño de partícula del tipo dispersión/difracción con láser, por ejemplo, Partica LA-950V2, fabricado por Horiba, Ltd., LDSA-1400A fabricado por Tohnichi Computer Applications Co., Ltd., o similares.

El polvo inorgánico puede mezclarse en una cantidad de 30% en masa o menos, preferiblemente 1 a 20% en masa y, más preferiblemente, 5 a 10% en masa, basado en la masa total del producto terminado. En este caso, la adición de polvo inorgánico es efectiva para mejorar las propiedades físicas del polvo de sal α -SF. El polvo inorgánico, el cual puede no necesariamente mezclarse con el polvo de sal α -SF, contribuiría aún más efectivamente a la prevención del apelmazamiento del polvo durante el almacenamiento a largo plazo, si se agrega. Cuando la cantidad de polvo inorgánico excede 30% en masa, ocurre un problema en la fluidez del polvo de la mezcla.

El polvo inorgánico puede alimentarse en el pulverizador antes de que las hojuelas o gránulos se sometan a pulverización, o durante o después de la pulverización de las hojuelas o gránulos. Para mezclar el polvo inorgánico con las hojuelas o gránulos o polvos molidos, puede usarse sin limitación cualquier aparato diseñado para combinar en seco. Ejemplos específicos del aparato incluyen un mezclador en forma de tambor horizontal, un mezclador en forma de V, y un granulador con agitación, los cuales se consideran ilustrativos y no restrictivos.

La tendencia al apelmazamiento de los polvos de sal α -SF puede reducirse aún más aplicando un recubrimiento sobre los polvos de sal α -SF.

El agente de recubrimiento incluye polvos inorgánicos y polvos de sales de ácidos orgánicos y similares, los cuales pueden ser solubles en agua o no. Una clase de agente de recubrimiento puede usarse sola o dos o más clases pueden utilizarse apropiadamente en combinación. Ejemplos de los polvos inorgánicos incluyen aluminosilicatos tales como zeolita A, carbonato de sodio, carbonatos de

sal de metal alcalinotérreo tales como carbonato de calcio y carbonato de magnesio, sílice amorfo, carbón blanco (sílice), silicatos tales como silicato de sodio, silicato de calcio, silicato de magnesio y similares, minerales de arcilla tales como talco, bentonita y similares, dióxido de silicio, dióxido de titanio, partículas finamente divididas de carbonato de sodio, sulfato de sodio, sulfato de potasio, tri-polifosfato de sodio y similares. En particular, son preferibles aluminosilicato, carbonato de sodio y sulfato de sodio. Ejemplos de sales de ácido orgánico incluyen jabón metálico tales como estearatos, acetato de sodio, citrato de sodio y similares. En particular, se prefieren estearatos.

El producto finamente molido de sal α -SF sólida meta-estable tiende a apelmazarse bajo altas temperaturas aún cuando el producto finamente molido se cubra con el agente de recubrimiento, como ya se mencionó.

La cantidad del agente de recubrimiento es preferiblemente 1 a 30% en masa, más preferiblemente 1 a 20% en masa y, muy preferiblemente 5 a 10% en masa, basado en la masa del polvo de sal α -SF. Cuando la cantidad del agente de recubrimiento es menor que 1% en masa, no puede esperarse algún efecto adicional para mejorar las propiedades anti-compactantes. Cuando la cantidad del agente de recubrimiento excede 30% en masa, el grado de libertad en la formulación de otros ingredientes puede reducirse cuando el polvo de sal α -SF recubierto se usa en las composiciones detergentes granulares de propósito general para ropas y las composiciones detergentes granulares para platos.

Con respecto al método de recubrimiento, el polvo de sal α -SF puede mezclarse con el agente de recubrimiento, o el agente de recubrimiento puede agregarse a las hojuelas o partículas de la sal α -SF cristalina, seguido por molienda.

El diámetro medio de partícula del polvo de sal α -SF recubierto puede ser preferiblemente 300 μm o más y 3 mm o menos. Cuando este diámetro medio de partícula es 300 μm o más, la tendencia al apelmazamiento puede reducirse aún más. Cuando el diámetro medio de partícula del polvo de sal α -SF recubierto excede 3 mm, puede producirse el problema de clasificación, o similares, en el caso en el que el polvo de sal α -SF recubierto se combine en las composiciones detergentes granulares de propósito general para ropas y platos. Esto se da porque el tamaño de partícula del polvo de sal α -SF recubierto se vuelve demasiado grande entre todas las partículas que constituyen la composición. El diámetro medio de partícula es un valor determinado de acuerdo con el método mostrado a continuación.

La clasificación se conduce utilizando un clasificador que incluye nueve mallas con los orificios respectivos de 1680, 1410, 1190, 1000, 710, 500, 350, 250 y 149 μm , y un platillo. Para la clasificación, las mallas se apilan sobre el platillo una encima de la otra en orden ascendente de orificio, y 100 g de una muestra de gránulos secados por aspersión se pone en la malla más alta de 1680 μm y se cierra la tapa. El clasificador se ajusta en el agitador de malla Ro-Tap (fabricado por Iida-seisakusho Japan Corporation, 156 sacudidas/min, 290 rodaduras/min) y se aplican oscilaciones al clasificador durante 10 minutos. A continuación, los gránulos de la muestra que permanecen en cada malla y el platillo se recogen individualmente. Repitiendo el procedimiento mencionado anteriormente, puede obtenerse una muestra clasificada de acuerdo con el tamaño de partícula, es decir, 1410 a 1680 μm (1410 μm on), 1190 a 1410 μm (1190 μm on), 1000 a 1190 μm (1000 μm on), 1000 a 710 μm (710 μm on), 500 a 710 μm (500 μm on), 350 a 500 μm (350 μm on), 250 a 350 μm (250 μm on), 149 a 250 μm (149 μm on), y el platillo a 149 μm .

(149 μm pass), y luego se calcula el porcentaje de frecuencia de masa (%). En el cálculo anterior, el orificio de la malla que primero muestre un porcentaje de frecuencia de masa del 50% o más se supone que es **a** (μm); el orificio de la malla siguiente más alta que la malla que tiene un orificio de **a** (μm) se supone que es **b** (μm); el porcentaje de frecuencia de masa más fina acumulada del platillo a la malla que tiene un orificio de **a** (μm) se supone que es **c** (%); y el porcentaje de frecuencia de masa en la malla que tiene un orificio de **a** (μm) se supone que es **d** (%). Seguidamente, se determina el diámetro medio de partícula (en porcentaje de frecuencia de masa de 50%) de acuerdo con la siguiente fórmula:

Diámetro medio de partícula (en porcentaje de frecuencia de masa de 50%) =

$$10^{(50-(c-d/\log b - \log a) \times \log b) / (d/(\log b - \log a))}$$

[Composición detergente]

Las composiciones detergentes para ropas y platos pueden obtenerse usando la mezcla de sal α -SF de acuerdo con la invención. Esas composiciones detergentes pueden contener cualesquiera ingredientes usados comúnmente en las composiciones detergentes para ropas y platos: por ejemplo, un surfactante aniónico tal como una sal de metal sulfato de alquilbenceno de cadena recta, una sal de metal de ácido α -olefinsulfónico, una sal de metal sulfato de alquilo, una sal de metal de jabón o similares; un surfactante no iónico tal como un aducto de óxido de alquileo de un alcohol superior o similares; un mejorador de detergente por ejemplo, un mejorador de detergente inorgánico tal como zeolita, sulfato de sodio, sulfito de sodio o similares; un químico alcalino tal como carbonato de sodio, carbonato de potasio o similares; un agente fluorescente; un agente blanqueador; un activador de blanqueado; una enzima; un perfume; un agente suavizante tal como bentonita, celulosa catiónica, celulosa en polvo, o similares.

Cuando se encuentra incorporada en la composición detergente para ropas o platos, el contenido de la mezcla de sal α -SF de acuerdo con la invención (en términos de sal α -SF) es preferiblemente 1 a 50% en masa y, más preferiblemente 5 a 40% en masa, basado en la masa total de la composición. Cuando la mezcla de sal α -SF de acuerdo con la invención está incorporada en una cantidad tal como se menciona anteriormente, puede obtenerse la composición detergente con propiedades anti-compactantes más altas y mayor fluidez.

Ejemplos

Ejemplo de Preparación 1

[Preparación de sal de metal sulfonato de éster metílico de ácido graso (MES)]

Palmitato de metilo ("PASTELL M-16", fabricado por Lion Corporation) y estearato de metilo ("PASTELL M-180" fabricado por Lion Corporation) se mezclaron en una relación de 80:20 (en masa).

En un tanque de reacción de 1-kL equipado con un agitador, se introdujeron 330 kg de la mezcla ya mencionada de ésteres metílicos de ácido graso y, a continuación, se agregó sulfato de sodio anhidro como un inhibidor de coloración en una cantidad de 5% en masa con respecto a la mezcla de ésteres metílicos de ácido graso ya mencionados, agitando al mismo tiempo. Mientras se continuaba agitando, se insuflaron 110 kg (equivalentes a 1.1 moles a un mol de la materia prima de éster metílico) de gas SO_3 (gas sulfonante), el cual se diluyó a 4% en volumen con gas nitrógeno en la mezcla, burbujeando a una velocidad constante durante un período de 3 horas a la temperatura de reacción de 80°C. La mezcla de reacción se sometió entonces a envejecimiento durante 30 minutos mientras se mantenía a 80°C.

Después que la mezcla de reacción se transfirió a un tanque de esterificación, se agregaron 14 kg de metanol a la mezcla de reacción para llevar a cabo la reacción de esterificación a 80°C. La mezcla de reacción se sometió entonces a envejecimiento durante 30 minutos mientras se mantenía a 80°C.

A continuación, el producto esterificado extraído del tanque de reacción se neutralizó continuamente mediante la adición de una solución acuosa de hidróxido de sodio equivalente al producto esterificado utilizando un mezclador en línea.

Posteriormente, el producto neutralizado ya mencionado se cargó en una línea de mezclado de agente blanqueador, donde se agregó una solución de peróxido de hidrógeno al 35% en un contenido activo de 1 a 2% con respecto al ingrediente activo (AI, es decir, sal de metal de éster alquílico de ácido graso α -sulfo). El paso de blanqueado se llevó a cabo a 80°C mezclando al mismo tiempo, obteniendo en esa forma una pasta que contenía la sal de metal sulfonato de éster metílico de ácido graso.

A una tasa de alimentación de 200 kg/hora, la pasta obtenida que contenía una sal de metal sulfonato de éster metílico de ácido graso se cargó en un evaporador de película fina en vacío (fabricado por Desmet Ballestra S.p.A, que tiene un área de transferencia de calor de 4 m²). La pasta se concentró a una temperatura de calentamiento de pared interna de 100 a 160°C y un grado de vacío de 0.01 a 0.03 MPa, y luego se extrajo un fundido de 100 a 130°C.

[Preparación de MES sólida meta-estable]

Posteriormente, el fundido ya mencionado se enfrió entre 20 y 30°C durante un período de 0.5 minutos utilizando un enfriador de cinta (fabricado por Nippon Belting

Co., Ltd.), y luego se trituró usando un triturador (fabricado por Nippon Belting Co., Ltd.), para obtener hojuelas de MES sólida meta-estable.

[Preparación de MES sólida meta-estable]

Las hojuelas de MES sólida meta-estable se calentaron y transformaron en un fundido de 60 a 63°C. El fundido se puso en un amasador KRC (modelo S2, fabricado por Kurimoto, Ltd.) a una velocidad de alimentación de 600 a 800 g/min y se amasó a 86 rpm durante 0.5 minutos, con agua caliente de 51°C que fluía a través de la camisa del amasador. A continuación, el fundido extraído del amasador se emparedó entre placas de acero inoxidable y se enfrió. El producto enfriado se trituró con las manos para obtener hojuelas de sólido estable.

<Análisis térmico con barrido diferencial>

Las hojuelas de MES sólida meta-estable y las hojuelas de MES sólida estable obtenidas previamente se sometieron a análisis térmico con barrido diferencial. Como el calorímetro diferencial de barrido, se utilizó el instrumento "DSC6220" (fabricado por Seiko Instruments Inc.). Una vez triturados 20 g de las hojuelas MES obtenidas en los Ejemplos y en los Ejemplos Comparativos utilizando un Trio Blender (fabricado por Trioscience K.K.), una muestra de 5 a 30 mg se puso en una celda (AG15-CAPSULE). Usando alúmina como referencia, la muestra se calentó de 0°C a 130°C a una velocidad de 2°C/min para determinar la endoterma y la exoterma. Los resultados se muestran respectivamente en Fig. 7 y Fig. 11.

Basándose en los resultados así obtenidos, se determinó a 50 a 130°C la relación del área de pico endotérmico A al área total del pico endotérmico a 0 a 130°C.

Relación A/B en la MES sólida meta-estable: 9%

Relación A/B en la MES sólida estable: 99%

[Ejemplos 1 a 5 y Ejemplos Comparativos 1 a 2]

Las hojuelas de la MES sólida estable y las hojuelas de la MES sólida meta-estable ya mencionadas se pesaron de manera que la relación en masa pudiera ser 5:95, 25:75, 50:50, 75:25 y 95:5 (respectivamente en Ejemplos 1 a 5); y 0:100 y 3:97 (respectivamente en Ejemplos Comparativos 1 y 2). Cada mezcla de hojuelas se cargó en un pulverizador (Fitzmill, modelo DKA-3 fabricado por Hosokawa Micron Corporation) y se pulverizó a 2700 rpm y una producción total de 180 kg/hr, obteniendo así la mezcla de polvo MES. Se condujo la operación de pulverización con el fin de obtener la mezcla de polvo MES que tenía un diámetro medio de partícula de alrededor de 500 μm , ajustándose a 25°C el interior del pulverizador.

[Ejemplos 6 a 8 y Ejemplos Comparativos 3 a 4]

Las hojuelas de MES sólida estable y las hojuelas de MES sólida meta-estable ya mencionadas se pesaron de manera que la relación en masa pudiera ser 5:95, 50:50 y 95:5 (respectivamente en Ejemplos 6 a 8); y 0:100 y 3:97 (respectivamente en Ejemplos Comparativos 3 y 4). Cada mezcla de hojuelas se cargó en un granulador con agitación (Loedige Mixer M-20, fabricado por Matsubo Corporation) hasta que se colmó el 50% de la capacidad (temperatura de las hojuelas: alrededor de 25°C). El granulador con agitación ya mencionado tenía incorporado un tambor horizontal, y un eje principal, el cual se dispone paralelo al tambor y se equipa con una pala. Independientemente del eje principal, se dispone un picador en el tambor. Una vez las hojuelas se cargaron en el granulador, el eje principal se giró a 200 rpm

durante 30, permitiendo que el picador estuviera detenido. En esa forma estas hojuelas se pulverizaron y mezclaron. La operación de pulverización y mezclado se condujo de tal manera que se obtuviera una mezcla en polvo MES que tenía un diámetro medio de partícula de alrededor de 500 μm , manteniéndose el interior del granulador a 25°C.

<Evaluación de las propiedades anti-compactantes>

Usando un probador de límite de elasticidad (Hang-Up Indicizer, fabricado por Johanson Innovations, Inc.), se midió el límite de elasticidad. El límite de elasticidad se determinó siguiendo los pasos indicados a continuación.

1. Se calentó a 40°C una muestra para medición.
2. Se pesaron 30 a 40 g de la muestra y se pusieron en una celda para medición.
3. Luego de la visualización que aparecía en la pantalla, se ingresó el "Scientific Mode" como el modo de medición, "15000 Pa" como la presión de compactación, y "25 deg" se ingresó como el ángulo de fricción interna, para iniciar automáticamente la medición.
4. Una vez concluida la medición, se leyó el valor (Pa) del límite de elasticidad visualizado en la pantalla. A partir de estos valores, se evaluaron las propiedades anti-compactantes, con base en los criterios mostrados a continuación. Los resultados se muestran en Tabla 1.

<Criterios de evaluación>

oo: límite de elasticidad de 4000 Pa o menos (no ocurre problema de

apelmazamiento durante el almacenamiento y el transporte.)

o: límite de elasticidad de más de 4000 Pa y 5000 Pa o menos (ocurre ligeramente un problema de apelmazamiento relativamente moderado durante el almacenamiento y el transporte.)

Δ: límite de elasticidad de más de 5000 Pa y 6000 Pa o menos (ocurre significativamente un problema de apelmazamiento relativamente moderado durante el almacenamiento y el transporte.)

x: límite de elasticidad de más de 6000 Pa (ocurre un problema de apelmazamiento durante el almacenamiento y el transporte.)

<Determinación del ángulo de reposo (fluidez)>

Inmediatamente después de obtener los polvos, 10 kg de los polvos se pusieron en una bolsa de papel con forma de sobre (con una longitud de 900 mm y un ancho de 570 mm), forrada con una bolsa interna de polietileno. Un minuto más tarde, se determinó el ángulo de reposo de los polvos de acuerdo con el siguiente método, utilizando un aparato de medición que tiene una estructura como se muestra en Fig. 12.

Como se muestra en Fig. 12(a), un aparato de medición **21** es un paralelepípedo rectangular abierto por arriba, construido con placas acrílicas transparentes de 3 mm de espesor, formando así un espacio interior **S** de 100 mm (W) x 200 mm (L) x 200 mm (D).

En el aparato de medición **21**, una parte inferior **22a** de la placa acrílica que

constituye una pared delantera **22** se diseña para pivotar en una dirección de **A** sobre una bisagra **24** que se instala en la pared frontal **22** en una posición de 20 mm debajo del límite superior de la misma, con el fin de abrir el espacio interior **S** del aparato de medición **21** hacia adelante. En la placa acrílica transparente que constituye una de las paredes laterales **26** del aparato de medición **21**, escalas de ángulo **30** que giran en la esquina inferior delantera **28** como el punto central se imprimen en una manera radial como un transportador (medidor de ángulos).

(Método de medición)

Desde una posición de 50 mm encima de la parte superior del aparato, se introdujeron partículas **P** secadas por aspersión en el espacio interior **S** del aparato de medición **21** por la parte superior del mismo a un velocidad de flujo de 0.06 L/s bajo las condiciones de 25°C y 40% de humedad relativa. El espacio interior **S** se cargó así con las partículas **P** secadas por aspersión hasta que las partículas alcanzaron el extremo superior del espacio interior **S**.

Después de cargarlo, el aparato acrílico se puso suavemente en una plataforma de 100 mm de alto que tenía una superficie superior plana en una configuración tal que el lado de la pared delantera abierta/cerrada pudiera sobresalir sobre la plataforma. La parte inferior **22a** de la placa acrílica que constituía la pared delantera **22** se dejó pivotar a una velocidad de $0.5\pi \text{ rad/s}$ en una dirección de **A** hasta que el ángulo α alcanzó 90° (como se muestra en Fig. 12(b)) para abrir gradualmente el espacio interno **S** hacia adelante, dejando así que una parte de las partículas **P** secadas por aspersión cargadas en el espacio interior **S** fluyeran de él a través de una parte del orificio **22b**. Cuando cesó el flujo de partículas, la superficie **P1** de las partículas **P** secadas por aspersión que quedaron en el espacio interior **S** formaron una pendiente ascendente desde la esquina inferior delantera **28** vista

desde la pared lateral **26**, como se muestra en Fig. 12(b). El ángulo de inclinación β , formado por la superficie **P1** de las partículas **P** secadas por aspersión, que permanecen en el espacio interior **S** del aparato de medición **21**, se leyó usando las escalas **30** que indicaban los grados del ángulo. Los procedimientos mencionados anteriormente se repitieron tres veces para tomar un promedio. El ángulo así obtenido se consideró como el ángulo de reposo. Los resultados de las mediciones se clasificaron basándose en los criterios de evaluación mostrados a continuación. Los resultados se muestran en Tabla 1.

<Criterios de evaluación>

- oo: menor que 60° (excelente fluidez)
- o : 60° o más y menor que 70° (fluidez ligeramente deficiente)
- Δ : 70° o más y menor que 75° (fluidez deficiente)
- x: 75° o más (fluidez muy deficiente)

Tabla 1

<Resultados de Evaluación>

		Ejemplos					Ejemplos Comparativos	
		1	2	3	4	5	1	2
Relación de sólido estable	% en masa	5	25	50	75	95	0	3
Relación de sólido meta-estable	% en masa	95	75	50	25	5	100	97
Límite de elasticidad	[Pa]	5900 Δ	5180 Δ	5580 Δ	4975 o	3265 oo	10600 x	8000 x
Ángulo de reposo	[°]	70 Δ	60 o	55 oo	60 o	70 Δ	75 x	75 x

Tabla 1 (continúa)

		Ejemplos			Ejemplos Comparativos	
		6	7	8	3	4
Relación de sólido estable	% en masa	5	50	95	0	3
Relación de sólido meta-estable	% en masa	95	50	5	100	97
Límite de elasticidad	[Pa]	5690 Δ	5240 Δ	3800 00	11050 x	7590 x
Ángulo de reposo	[°]	70 Δ	60 o	65 o	75 x	75 x

[Ejemplos de Prueba]

El polvo de sal α-SF sólida meta-estable y el polvo de la sal α-SF sólida estable obtenidos en el Ejemplo de Preparación 1 se mezclaron en relaciones de mezclado como se muestra en Tabla 2. Las mezclas resultantes se sometieron a análisis térmico de barrido diferencial en la misma manera que se explicó previamente. Los resultados se muestran en Tabla 2 y Figs. 7 a 11.

[Tabla 2]

Muestra No.	Masa (mg) usada para la mezcla		Sólido meta-estable/Sólido estable (mass ratio)	Caloría DSC (mJ/mg)		Relación de Caloría (%)
	Sólido meta-estable	Sólido estable		<50°C	≥50°C	
1	12.0	0	100/0	53.8	5.3	9.0
2	7.4	5.1	59/41	35.3	32.7	48.1
3	5.5	7.2	43/57	24.8	41.4	62.5
4	1.7	11.1	13/87	14.0	64.6	82.2
5	0	12.2	0/100	0.57	77.4	99.3

[Ejemplos 9 a 14]

Las hojuelas de sólido meta-estable de α -SF-Na y las hojuelas de sólido estable obtenidas en el Ejemplo de Preparación 1, y la zeolita se alimentaron en forma continua en la tolva de un amasador continuo (amasador KRC, Modelo S-2, fabricado por Kurimoto, Ltd.) en relaciones de mezclado como se muestra en Tabla 3. La temperatura de cada material era 25°C cuando se alimentó el material. La velocidad de alimentación estaba en el rango de 50 a 120 kg/h en total (de hojuelas de sólido estable, hojuelas de sólido meta-estable y zeolita). Se hizo fluir agua de 80°C (en la entrada) a través de la camisa. La operación de amasado se llevó a cabo con el eje principal del amasador girando a 100 rpm. (La velocidad de corte era 600 (l/s).)

Una vez concluida la operación de amasado, el producto amasado se descargó de la salida del amasador. La temperatura del producto amasado así obtenido era de 65°C. El producto amasado se alimentó en forma continua en un granulador "Pelleter Double EXDF-100" (fabricado por Dalton Corporation) a una velocidad de alimentación de 50 a 120 kg/h a extruirse a través de una boquilla con un diámetro de 0.8 o 5 mm. La MES en forma de fideos así extruida se transportó de manera continua sobre un enfriador tipo cinta (fabricado por Maezawa Industries, Inc., con un ancho de 200 mm y una longitud de 4 m, equipado con tres ventiladores circulantes) donde la velocidad de la cinta pudiera controlarse para que fuera la misma que la velocidad de extrusión. La MES en forma de fideos se enfrió de esa manera. En este caso, la velocidad espacial del aire de enfriamiento encima de la superficie superior (inferior) de la cinta se controló a 1.2 m/s ajustando el volumen de aire (ventiladores circulantes), y luego la temperatura del aire de enfriamiento en la entrada del enfriador tipo cinta se ajustó a 18 a 20°C, controlando la relación del aire de enfriamiento recién cargado al aire de enfriamiento que circulaba en el enfriador.

La temperatura media de descarga en la salida del enfriador tipo cinta se controló a 26 a 28°C ajustando la velocidad de alimentación de cada materia prima y fijando la velocidad de la cinta del enfriador tipo cinta a la velocidad de alimentación.

Criterios de juicio:

(Capacidad de enfriamiento)

La tasa de alimentación de cada material y la velocidad de la cinta del enfriador tipo cinta se ajustaron, con el fin de disminuir la temperatura del producto que contenía la sal de metal sulfonato de éster alquílico de ácido graso a 26 a 28°C en la salida del enfriador tipo cinta. La tasa de alimentación así obtenida (es decir, la capacidad de producción) se evaluó como la capacidad de enfriamiento del enfriador tipo cinta. Los resultados se muestran en Tabla 3.

(Criterios de evaluación)

oo: Capacidad de producción de 100 kg/h o más (capacidad de enfriamiento muy alta)

o: Capacidad de producción de 80 kg/h o más y menor que 100 kg/h (capacidad de enfriamiento alta)

Δ: Capacidad de producción de 50 kg/h o más y menor que 80 kg/h (capacidad de enfriamiento media)

x: Capacidad de producción de menos de 50 kg/h (capacidad de enfriamiento baja)

<Prueba de solubilidad>

El producto que contenía la sal de metal sulfonato de éster alquílico de ácido graso se molió en un molino de velocidad y se cernió para obtener partículas con un diámetro de partícula de 1 mm o menos. Usando esas partículas se condujo una

prueba para determinar la solubilidad del residuo, como se muestra a continuación.

Un litro de agua de la llave se puso en un vaso de pico de 1-L, y se preparó un motor tres en uno que estaba equipado con una barra agitadora en la que se acopló una cuchilla agitadora con una altura de 40 mm y un ancho de 20 mm al final del árbol. El agua de la llave en el vaso de pico se ajustó a 20°C en un baño maría de 20°C. El motor se puso en el vaso de pico de manera que la cuchilla agitadora pudiera disponerse 1 cm encima del fondo del vaso de pico. Mientras se giraba la cuchilla agitadora a 250 rpm, las partículas que contenían la sal de metal sulfonato de éster alquílico de ácido graso (5g) se agregaron gradualmente al agua. Concluida la adición, se continuó la agitación durante 10 minutos. La solución de muestra así obtenida se filtró a través de una prenda de tejido de punto de nylon que se había pesado de antemano. El residuo insoluble se extrajo por filtración, y la prenda de tejido de punto, a la cual estaba adherido el residuo insoluble se secó en un secador. Se determinó el peso de la prenda secada. Del peso de la prenda de tejido de punto de nylon secada se restó el peso inicial determinado de antemano, obteniendo en esa forma el peso seco del residuo insoluble. Reemplazando el peso seco ya mencionado en la siguiente ecuación: $[\text{residuo insoluble (\%)} = \text{peso seco} / 5 \text{ g} \times 100]$, se calculó el residuo insoluble (%). Los resultados se muestran en Tabla 3.

(Criterios de evaluación)

- oo: Residuo insoluble de menos de 10%
- o: Residuo insoluble de 10% o más y menor que 20%
- Δ: Residuo insoluble de 20% o más y menor que 30%
- x: Residuo insoluble de 30% o más

[Tabla 3]

		Ejemplos					
		9	10	11	12	13	14
Relación de sólido estable	[% en masa]	7	11	41	81	3	19
Relación de sólido meta-estable	[% en masa]	90	80	50	10	80	80
Zeolita	% en masa	3	9	9	9	17	1
Límite de elasticidad	[Pa]	5700 Δ	5280 Δ	4700 o	4030 o	5890 Δ	5110 Δ
Ángulo de reposo	[°]	65 o	60 o	65 o	65 o	70 Δ	65 o
Capacidad de enfriamiento	[kg/hr]	123 oo	118 oo	123 oo	134 oo	91 o	120 oo
Prueba de solubilidad	[% en peso]	5.2 oo	5.6 oo	5.2 oo	4.9 oo	4.2 oo	22.3 Δ

La sal α -SF sólida meta-estable y la sal α -SF sólida estable usadas en las mezclas de los Ejemplos 10 a 12 se mezclaron en la relaciones de mezclado como se muestra en Tabla 4. Las mezclas resultantes se sometieron al análisis térmico de barrido diferencial en la misma manera que se explicó previamente. Los resultados se muestran en Tabla 4.

[Tabla 4]

Ejemplos	Relación de sólido meta-estable a sólido estable antes de mezclar (relación en masa)	Caloría DSC (mJ/mg)		Relación de caloría (%)
		<50°C	≥50°C	≥50°C/total
10	88/12	27.6	40.3	59.4
11	55/45	19.8	51.1	72.1
12	11/89	13.8	52.8	79.3

[Listado de Símbolos de Referencia]

- 11 Recipiente de mezclado
- 12 Aparato impulsor
- 13 Árbol agitador
- 14, 15 Cuchilla agitadora
- 16 Placa deflectora
- 17 Camisa
- 21 Aparato de medición
- 30 Escalas de ángulo
- P Partículas secadas por aspersión
- β Ángulo de inclinación

REIVINDICACIONES

1. Una mezcla de sal de metal sulfonato de éster alquílico de ácido graso compuesta por:

(a) una sal de metal sulfonato de éster alquílico de ácido graso que tiene un área de pico endotérmico a 50 a 130°C de menos de 50%, relativa al área total de pico endotérmico a 0 a 130°C, medida en un calorímetro diferencial de barrido, y

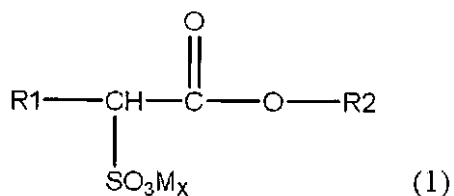
(b) una sal de metal sulfonato de éster alquílico de ácido graso que tiene un área de pico endotérmico a 50 a 130°C de 50% o más, relativa al área total de pico endotérmico a 0 a 130°C, medida en un calorímetro diferencial de barrido,

con una relación de (a) a (b) en masa de 95/5 o menos.

2. La mezcla de sal de metal sulfonato de éster alquílico de ácido graso, en donde la relación de (a) a (b) en masa es 80/20 o menos.

3. La mezcla de sal de metal sulfonato de éster alquílico de ácido graso de la reivindicación 1 o 2, en donde la sal de metal sulfonato de éster alquílico de ácido graso (b) tiene el área de pico endotérmico a 50 a 130°C de 70% o más, relativa al área total de pico endotérmico a 0 a 130°C, medida en un calorímetro diferencial de barrido.

4. La mezcla de sal de metal sulfonato de éster alquílico de ácido graso de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en donde la sal de metal sulfonato de éster alquílico de ácido graso se representa por la fórmula (1):



en donde R^1 es un grupo alquilo o alquenilo de cadena recta o ramificada que tiene 10 a 20 átomos de carbono; R^2 es un grupo alquilo de cadena recta o ramificada que tiene 1 a 4 átomos de carbono; M es un ión de metal alcalino o un ión de metal alcalinotérreo; y X es 1 cuando M es un ión de metal alcalino, y 1/2 cuando M es un ión de metal alcalinotérreo.

5. La sal sólida de metal sulfonato de éster alquílico de ácido graso de la reivindicación 4, en donde la sal de metal sulfonato de éster alquílico de ácido graso es una mezcla de la sal de metal sulfonato de éster alquílico de ácido graso representada por la fórmula (1) en donde R^1 es un grupo alquilo o alquenilo de cadena recta o ramificada que tiene 14 átomos de carbono y la sal de metal sulfonato de éster alquílico de ácido graso representada por la fórmula (1) en donde R^1 es un grupo alquilo o alquenilo de cadena recta o ramificada que tiene 16 átomos de carbono.

6. La mezcla de sal de metal sulfonato de éster alquílico de ácido graso de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en donde la mezcla está en forma de polvo.

7. Una composición detergente que contiene la mezcla de sal de metal sulfonato de éster alquílico de ácido graso de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6.

8. Un método para producir una mezcla de polvo de una sal de metal sulfonato de éster alquílico de ácido graso, método que incluye los pasos de:

mezclar (a) una sal de metal sulfonato de éster alquílico de ácido graso que tiene un área de pico endotérmico a 50 a 130°C de menos de 50%, relativa al área total de pico endotérmico a 0 a 130°C, medida en un calorímetro diferencial de barrido, y

(b) una sal de metal sulfonato de éster alquílico de ácido graso que tiene un área de pico endotérmico a 50 a 130°C de 50% o más, relativa al área total de pico endotérmico a 0 a 130°C medida en un calorímetro diferencial de barrido; y

pulverizar la mezcla para obtener la mezcla de polvo de la sal de metal sulfonato de éster alquílico de ácido graso con una relación de (a) a (b) en masa de 95/5 o menos, en donde el paso de mezclar y el paso de pulverizar pueden llevarse a cabo en el orden inverso.

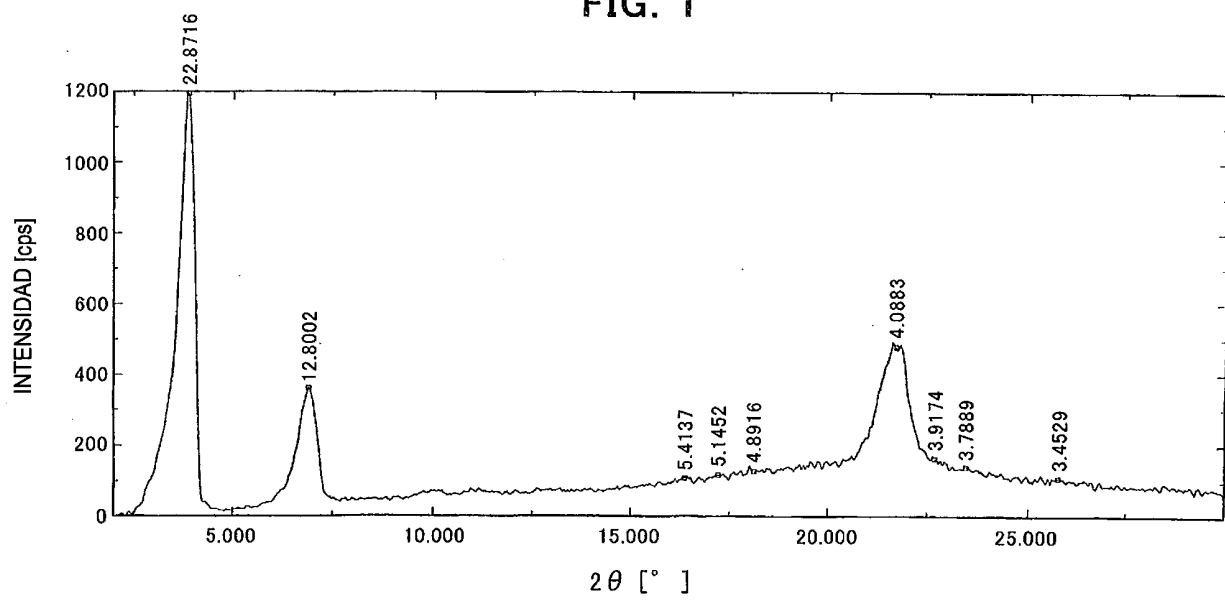
51

RESUMEN

La invención provee una mezcla de sal de metal sulfonato de éster alquílico de ácido graso de (a) una sal de metal sulfonato de éster alquílico de ácido graso que tiene un área de pico endotérmico a 50 a 130°C de menos de 50%, relativa al área total de pico endotérmico a 0 a 130°C, medida en un calorímetro diferencial de barrido, y (b) una sal de metal sulfonato de éster alquílico de ácido graso que tiene un área de pico endotérmico a 50 a 130°C de 50% o más, relativa al área total de pico endotérmico a 0 a 130°C, medida en un calorímetro diferencial de barrido, con una relación de (a) a (b) en masa de 95/5 o menos. La mezcla de la invención es excelente en propiedades anti-compactantes.

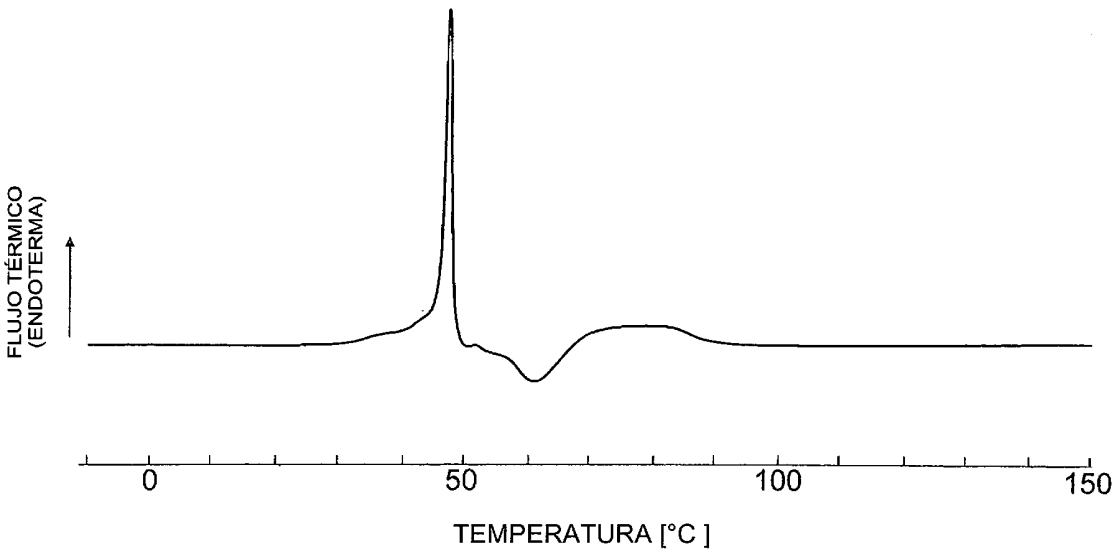
52

FIG. 1



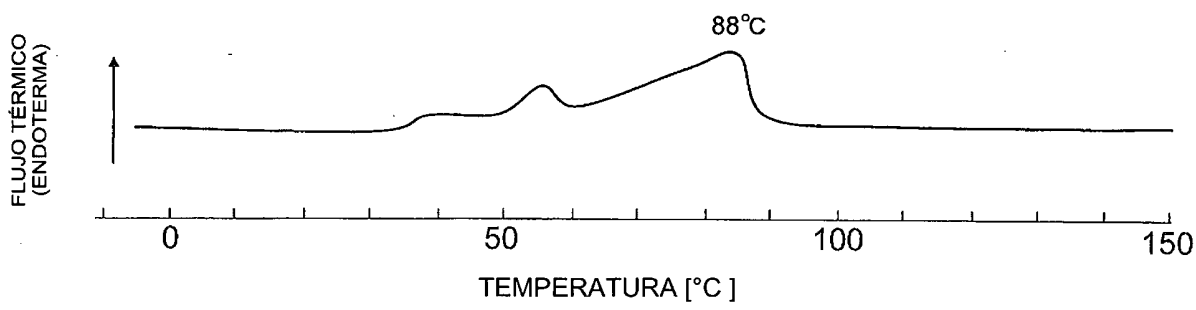
52

FIG. 2



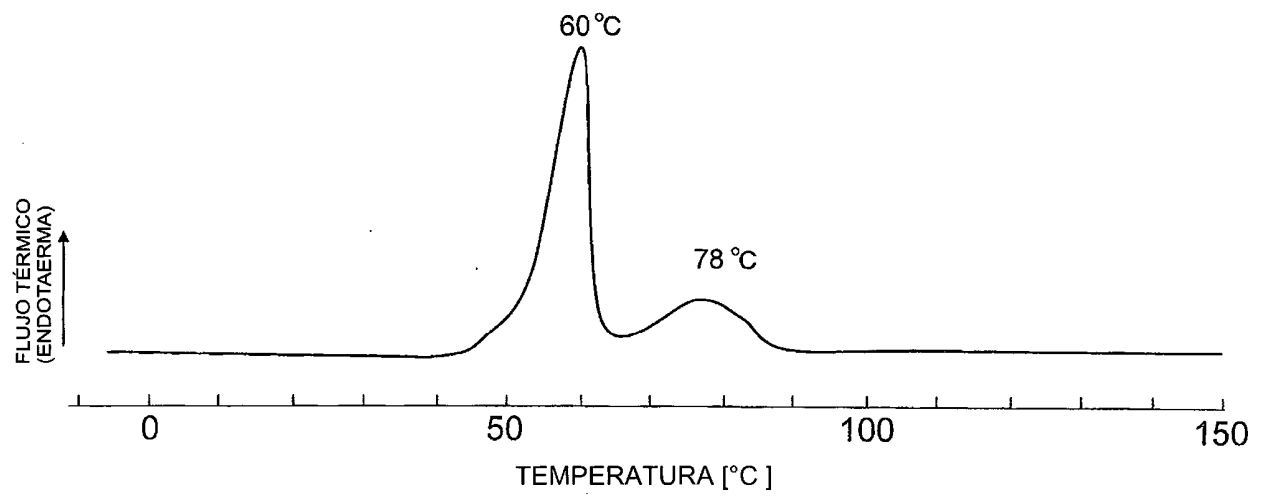
S

FIG. 3-1

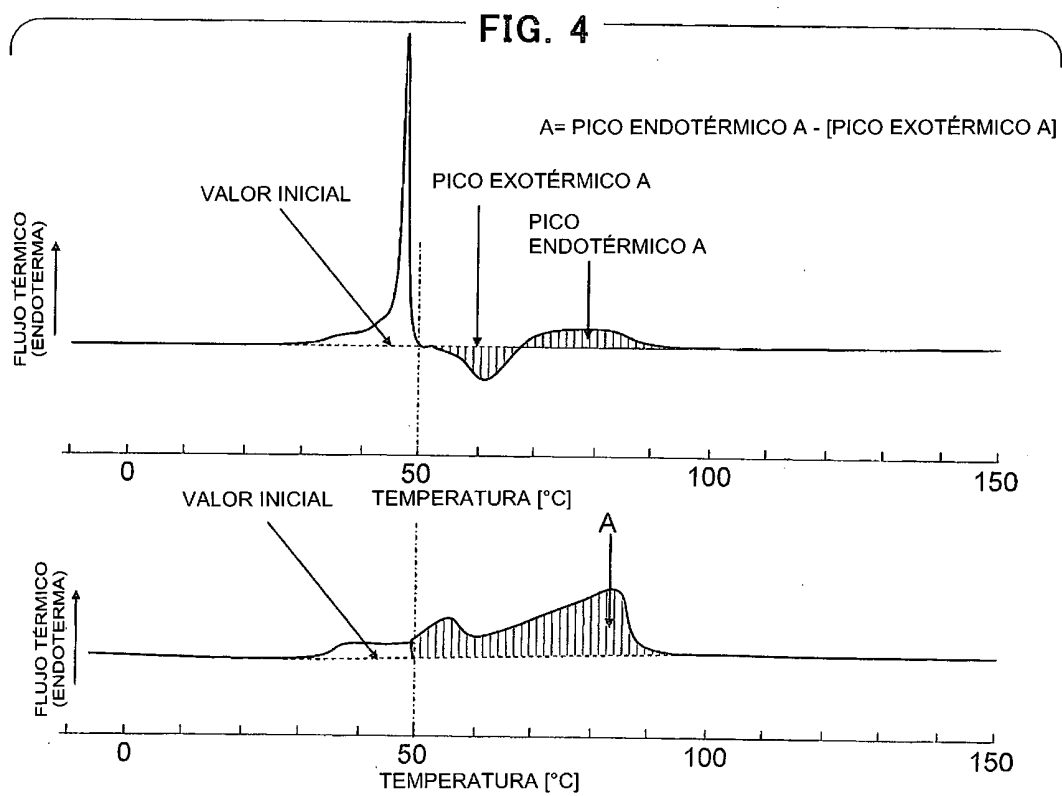


54

FIG. 3-2



S



5

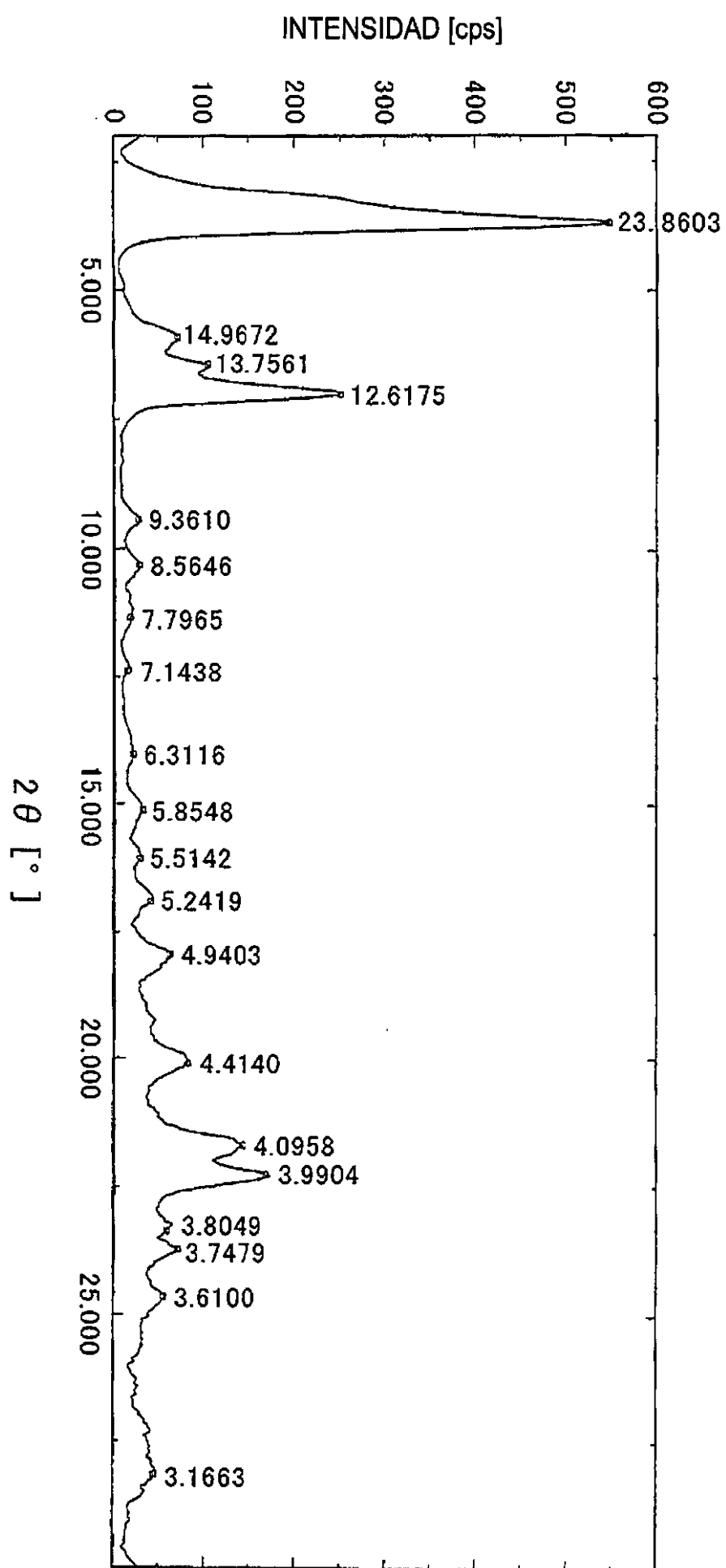


FIG. 5

XS

FIG. 6-1



FIG. 6-2

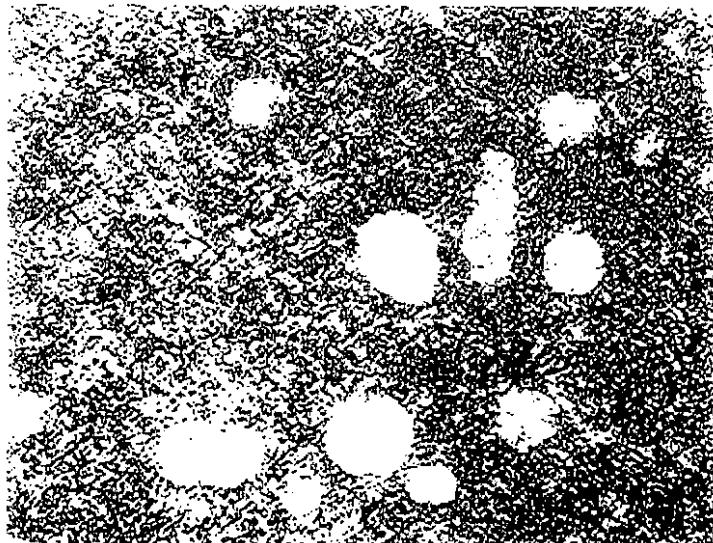


FIG. 6-3

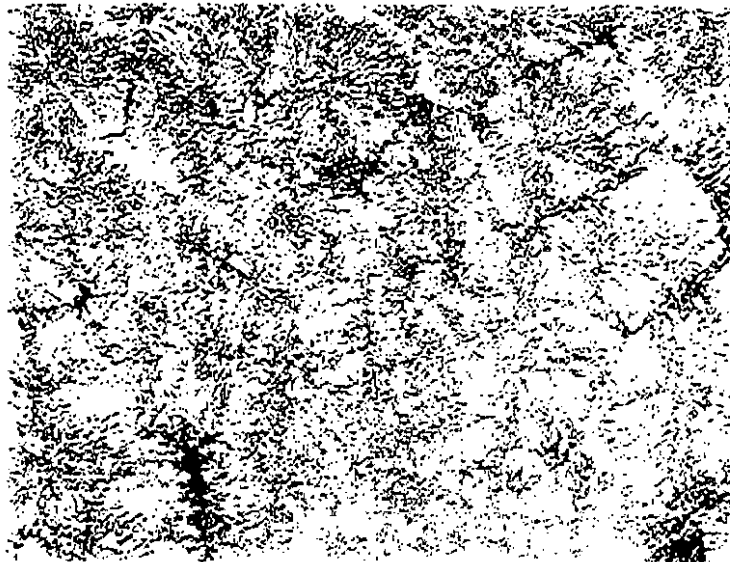
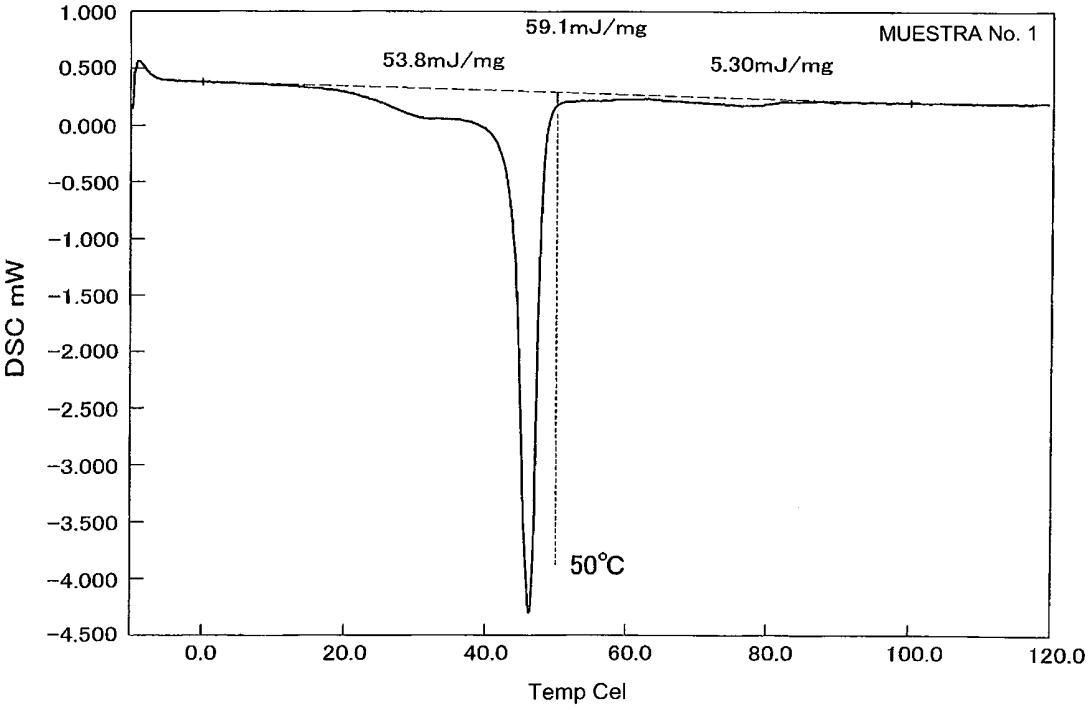
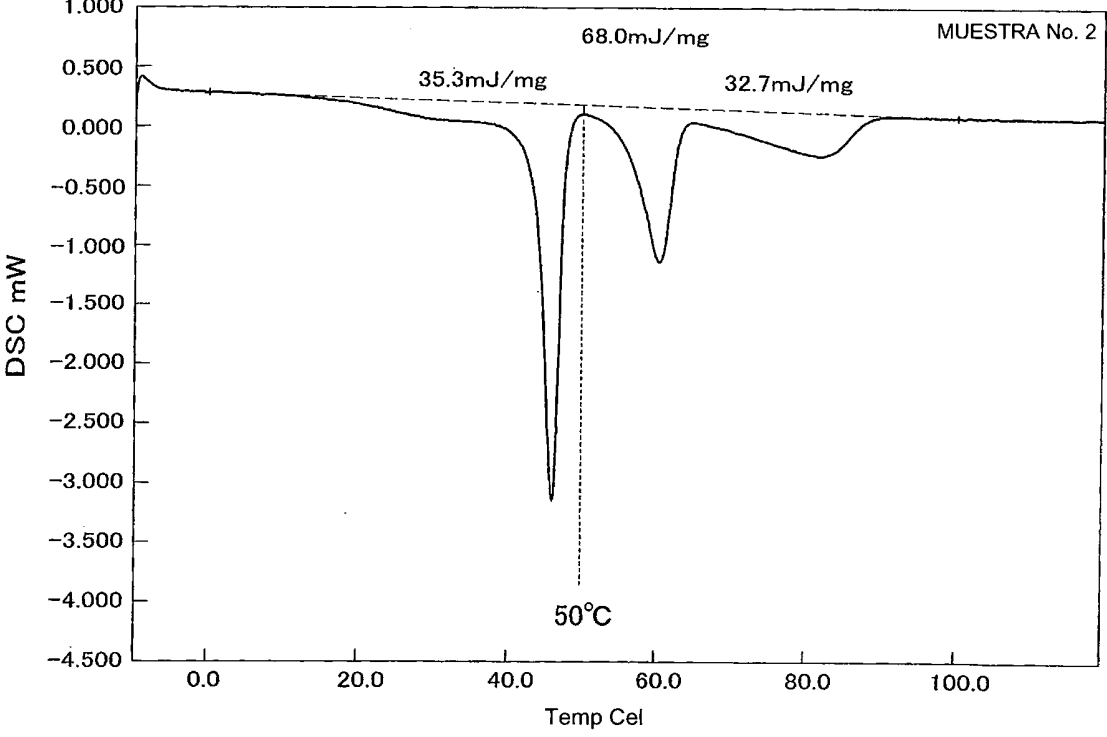


FIG. 7



59

FIG. 8



60

FIG. 9

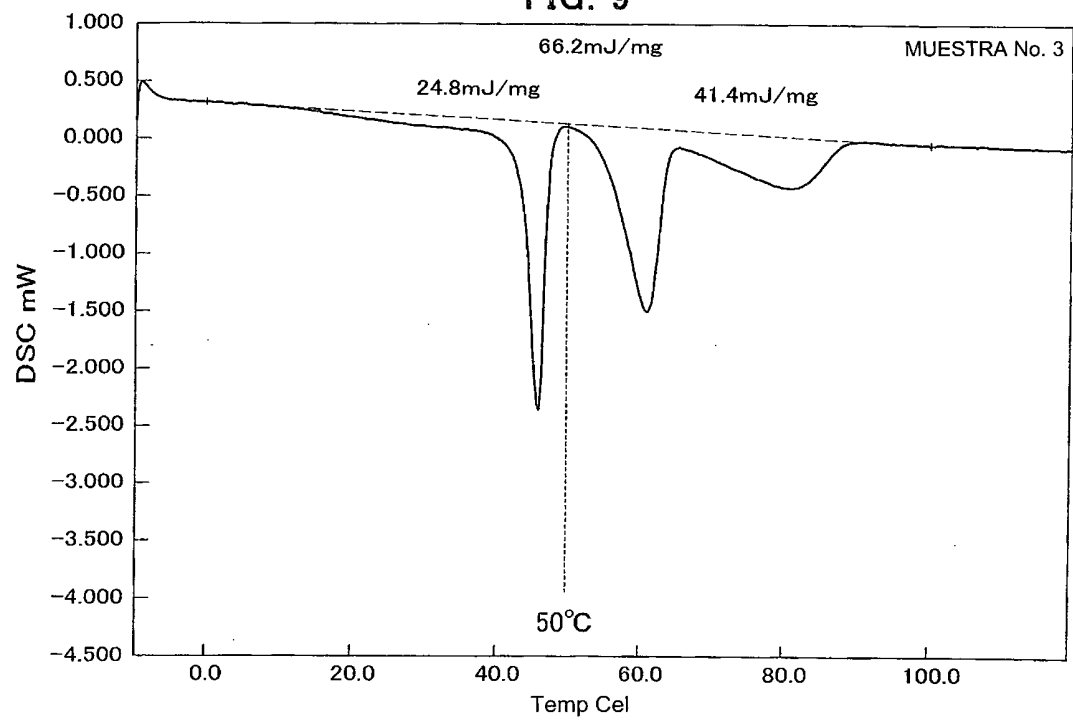


FIG. 10

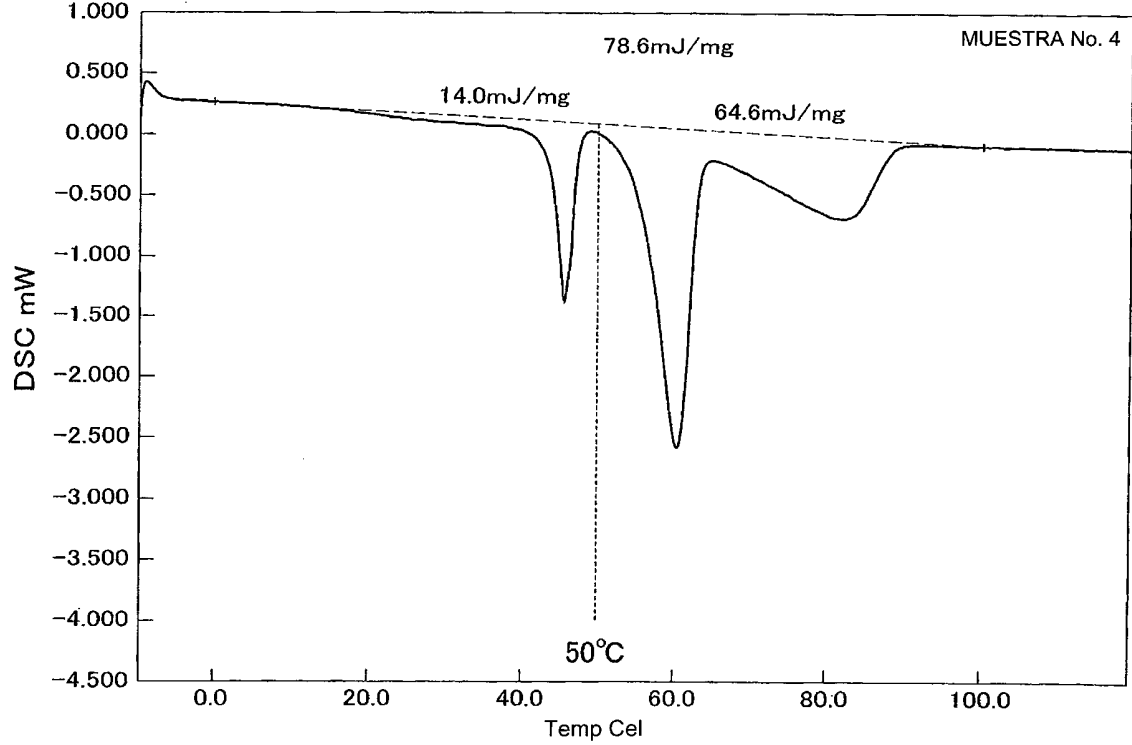


FIG. 11

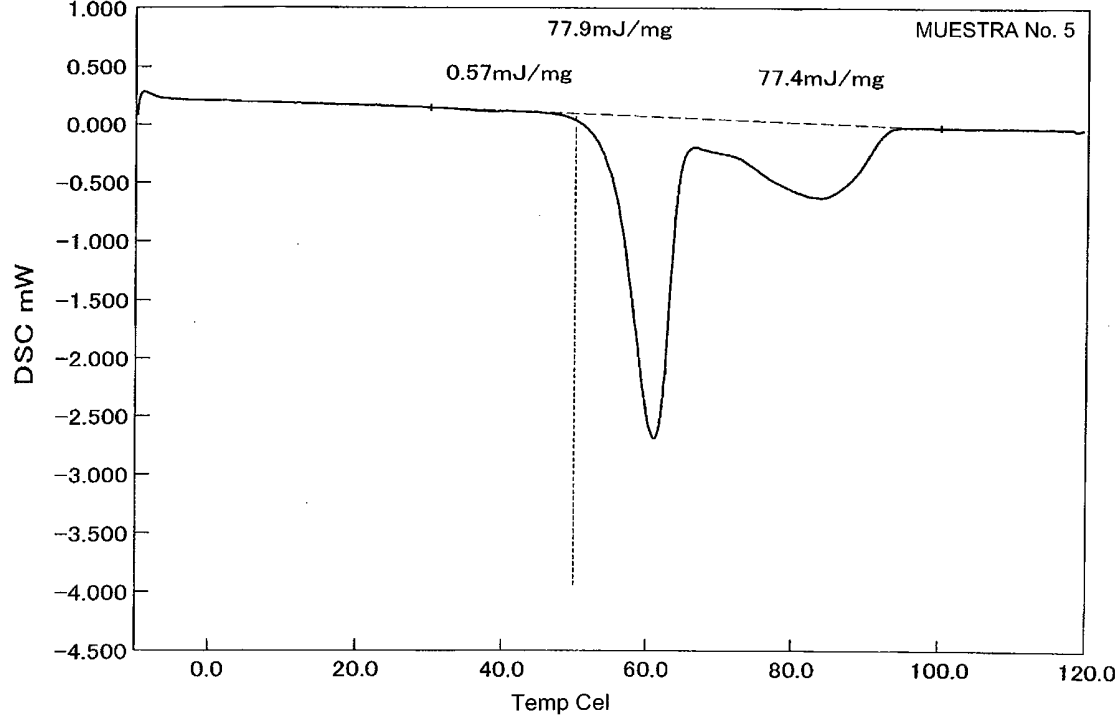
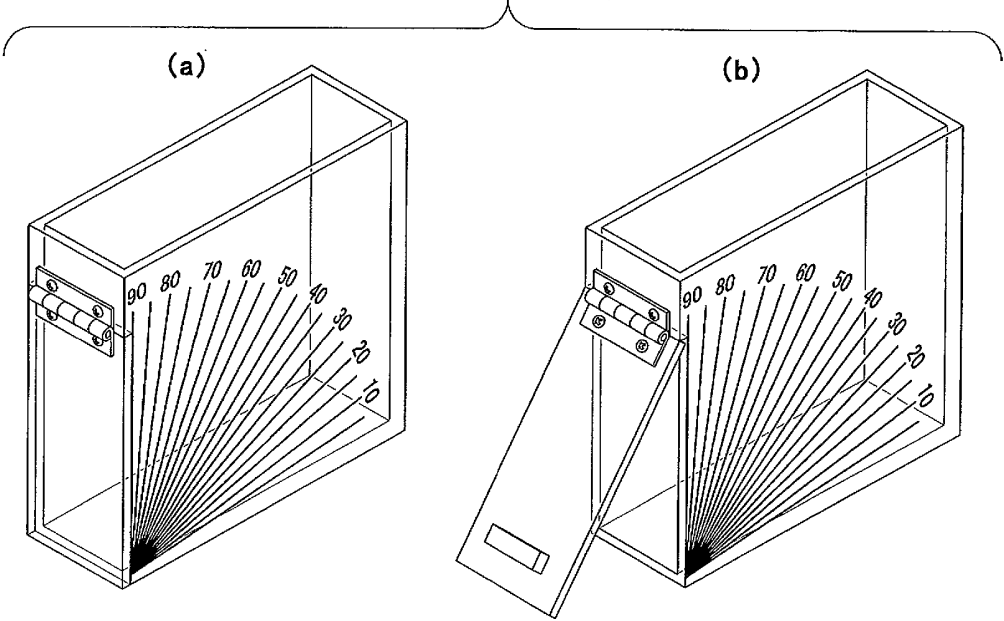


FIG. 12



65

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2010/057137

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C11D1/28(2006.01)i, C07C303/32(2006.01)i, C07C309/17(2006.01)i, C11D11/00(2006.01)i, C11D17/06(2006.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C11D1/28, C07C303/32, C07C309/17, C11D11/00, C11D17/06

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho 1922-1996 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2010

Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2010 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2010

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 2004/111166 A1 (Lion Corp.), 23 December 2004 (23.12.2004), claims; page 15, line 27 to page 17, line 13; examples & US 2006/0160717 A1 & EP 1634941 A1 & KR 10-2006-0026023 A	1-8
A	JP 10-298159 A (Lion Corp.), 10 November 1998 (10.11.1998), claims; paragraphs [0016] to [0032] (Family: none)	1-8
A	JP 8-318149 A (Lion Corp.), 03 December 1996 (03.12.1996), claims; paragraph [0008]; examples (Family: none)	1-8

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.☐ Sec patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

07 July, 2010 (07.07.10)

Date of mailing of the international search report

20 July, 2010 (20.07.10)

Name and mailing address of the ISA/

Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

66

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2010/057137

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 2008/078609 A1 (Lion Corp.), 03 July 2008 (03.07.2008), claims; paragraph [0028]; examples (Family: none)	1-8
A	JP 62-298570 A (Henkel KGaA), 25 December 1987 (25.12.1987), claims; examples & US 4874552 A & EP 249846 A1 & DE 3620158 A1 & BR 8702980 A & CA 1289149 A & IN 168696 A & AT 57685 T	1-8
P, A	WO 2009/054406 A1 (Lion Corp.), 30 April 2009 (30.04.2009), claims; examples (Family: none)	1-8

67

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2010/057137

A fatty acid alkyl ester sulfonate metal salt mixture set forth in claim 1 is composed of any fatty acid alkyl ester sulfonate metal salt (a) that is specified by a desired property of "having (omitted) as measured by a differential scanning calorimeter of less than 50%" and any fatty acid alkyl ester sulfonate metal salt (b) that is specified by a desired property of "having (omitted) as measured by a differential scanning calorimeter of not less than 50%". Only those in which the fatty acid moiety is derived from a fatty acid composition having a specific number of carbon atoms are, however, disclosed as both the fatty acid alkyl ester sulfonate metal salts (a) and (b) within the meaning of PCT Article 5. In other words, only a few fatty acid alkyl ester sulfonate metal salt mixtures among the claimed fatty acid alkyl ester sulfonate metal salt mixtures are disclosed within the meaning of PCT Article 5, and thus claim 1 is not fully supported within the meaning of PCT Article 6.

Claims 2-4 and 6-8 are not also considered to be fully supported within the meaning of PCT Article 6 for the same reason stated above.

Since the scopes of such fatty acid alkyl ester sulfonate metal salts "having (omitted) as measured by a differential scanning calorimeter of less than 50%" and fatty acid alkyl ester sulfonate metal salts "having (omitted) as measured by a differential scanning calorimeter of not less than 50%" cannot be specified even by taking the common technical knowledge at the time of filing into consideration, claims 1-4 and 6-8 also fail to satisfy the requirement of clearness prescribed under PCT Article 6.

This international search report therefore covers those supported and disclosed by the description, namely a fatty acid alkyl ester sulfonate metal salt mixture specified by claim 5, a detergent composition containing the mixture, and a method for producing the mixture. A complete search has been carried out on claim 5 and a part of claims 6 and 7 that is dependent on claim 5.



SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO
DIVISION DE NUEVAS CREACIONES
EXTRACTO PARA PUBLICACIÓN
SOLICITUD DE PATENTE DE INVENCION PCT

(21) N° de solicitud: 22) Fecha de solicitud: (30) Prioridad (31) Prioridad (32) Fecha (33) País 2009-104010 22/04/2009 JP	(51) Int Cl: C11D 001/028 (71) Solicitante(s) LION CORPORATION (72) Inventor(es) DAISUKE NEGISHI Y OTROS (74) Apoderado: LUZ CLEMENCIA DE PAEZ
(85) Fecha limite inicio fase nacional: 22/11/2011 (86) Datos relativos a la presentación de la solicitud PCT Fecha de presentación de la solicitud: 22/04/2010 No. de solicitud PCT/JP2010/057137	(87) Publicación internacional Fecha: 28/10/2010 N° publicación: WO 2010/123060
(54) Título: MEZCLA DE POLVO DE SAL DE METAL SULFONATO DE ÉSTER ALQUÍLICO DE ÁCIDO GRASO Y MÉTODO DE PRODUCIRLA	

Resumen:

La invención provee una mezcla de sal de metal sulfonato de éster alquílico de ácido graso de (a) una sal de metal sulfonato de éster alquílico de ácido graso que tiene un área de pico endotérmico a 50 a 130°C de menos de 50%, relativa al área total de pico endotérmico a 0 a 130°C, medida en un calorímetro diferencial de barrido, y (b) una sal de metal sulfonato de éster alquílico de ácido graso que tiene un área de pico endotérmico a 50 a 130°C de 50% o más, relativa al área total de pico endotérmico a 0 a 130°C, medida en un calorímetro diferencial de barrido, con una relación de (a) a (b) en masa de 95/5 o menos. La mezcla de la invención es excelente en propiedades anti-compactantes.

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO
NIT : 800.176.089-2
- / -

69

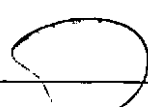
 Industria y Comercio SUPERINTENDENCIA	RECIBO DE CAJA	No. 11 - 108562
		Bogotá D.C., Noviembre 08 de 2011 - 07:35:41

RECIBIDO DE : CAVELIER ABOGADOS NI 860.041.367

*** Soporte del Pago ***					
TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PAGO	VR. PAGO
CONSIGNACION	BANCO DE BOGOTA	062754387	430559172	04/11/2011	43.527.000.00

*** Conceptos Pagados ***			
CANT. RENTISTICO	CONCEPTO	Vr. UNDITARIO	Vr. CONCEPTO
1 50005-01-01 SOLICITUDES	1 TRAMITES DE SOL. DE PATENTE DE INVENCIÓN	571.000.00	571.000.00
			\$571.000.00
=====			

SON: **QUINIENTOS SETENTA Y UN MIL PESOS MONEDA CORRIENTE***

Responsable: 
Recibo de Caja Aplicado al Expediente No. _____

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

No. 11-159192- -00000-0000
Fecha: 2011-11-22 11:09:46 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 378 FASENACIONALI
Act. 411 PRESENTACION Folios: 69

0010: 18877-841-0052



No. 11-159192- 00000-0000
Fecha: 2011-11-22 11:09:46 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 378 FASENACIONALI
Act. 411 PRESENTACION Folios: 69

LISTA DE CHEQUEO
ADMISIÓN A TRÁMITE – NUEVAS CREACIONES

PATENTE DE INVENCION ☐ MODELO DE UTILIDAD ☐ Art 33 Decisión 486/00

☐	Indicación que se solicita una patente.
☐	Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud
☐	Descripción de la invención
☐	Dibujos de ser estos pertinentes
☐	Comprobante de pago de las tasas establecidas (De ser el caso formato de descuento)
Completa ☐	Incompleta ☐

PATENTE DE INVENCION PCT ☒ MODELO DE UTILIDAD PCT ☐ Art.33 Decisión 486/00, Circular Única

☒	Indicación que se solicita una PCT
☒	Copia de la solicitud en español, tal como fue presentada inicialmente (capítulo descriptivo, reivindicatorio, resumen)
☒	Dibujos de ser estos pertinentes
☒	Comprobante de pago de las tasas establecidas (de ser el caso formato de descuento)
Completa ☒	Incompleta ☐

DISEÑO INDUSTRIAL ☐ (Art. 119 Decisión 486/00)

☐	Indicación que se solicita Diseño industrial
☐	Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud
☐	Representación gráfica y fotográfica del Diseño industrial o muestra del material que incorpora el diseño
☐	Comprobante de pago de las tasas establecidas
Completa ☐	Incompleta ☐

ESQUEMA DE TRAZADO ☐ (Art. 92 Decisión 486/00)

☐	Indicación que se solicita un esquema de trazado
☐	Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud
☐	Representación gráfica de un esquema de trazado
☐	Comprobante de pago de las tasas establecidas
Completa ☐	Incompleta ☐