



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 320 415**

51 Int. Cl.:

C11D 17/00 (2006.01)

C11D 3/382 (2006.01)

C11D 3/12 (2006.01)

C11D 3/22 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **01984743 .3**

96 Fecha de presentación : **16.11.2001**

97 Número de publicación de la solicitud: **1343866**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **17.09.2003**

54 Título: **Composiciones limpiadoras.**

30 Prioridad: **21.12.2000 EP 00204764**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
22.05.2009

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
22.05.2009

73 Titular/es: **Unilever N.V.**
Weena 455
3013 AL Rotterdam, NL

72 Inventor/es: **Boskamp, Jelles Vincent y**
Callaghan, Ian Charles

74 Agente: **Justo Vázquez, Jorge Miguel de**

ES 2 320 415 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

ES 2 320 415 T3

DESCRIPCIÓN

Composiciones limpiadoras.

5 Esta invención se refiere a composiciones limpiadoras en la forma de pastillas. Estas pastillas están destinadas a disgregarse cuando son colocadas en agua y, por tanto, están destinadas a ser consumidas en un único uso. Las pastillas pueden ser adecuadas para ser usadas en una máquina lavavajillas, en el lavado de telas o en otras tareas de limpieza.

10 Las composiciones detergentes en forma de pastillas y destinadas al lavado de telas han sido descritas en muchos documentos que incluyen, por ejemplo, el documento GB-A-911204 (Unilever) y están actualmente disponibles en el comercio. Las pastillas que contienen un blanqueador para ser usado como un aditivo para un líquido de lavado de telas han sido descritas en el documento US-A-4013581 (Huber/Procter and Gamble). Las pastillas que contienen un agente de ablandamiento del agua, para ser usadas como un aditivo en limpieza están disponibles en el comercio y son una forma de pastilla descrita en el documento EP-A-838519 (Unilever). Están disponibles en el comercio pastillas de 15 composiciones adecuadas para máquinas lavavajillas.

Las pastillas tienen varias ventajas sobre los productos en polvo: no requieren medición y, por tanto, son más fáciles de manejar y suministrar en la carga de lavado y son más compactas, facilitando así un almacenamiento y transporte más económicos.

20 Las pastillas de una composición limpiadora se preparan generalmente comprimiendo o compactando una composición en forma de partículas. Aunque es deseable que las pastillas tengan una resistencia adecuada cuando están secas y que, sin embargo, se dispersen y disuelvan rápidamente cuando se ponen en contacto con agua, puede ser difícil obtener ambas propiedades conjuntamente. Las pastillas formadas usando una baja presión de compactación tienden a desmoronarse y disgregarse en el manejo y envasado mientras que las pastillas más forzadamente compactadas pueden ser suficientemente cohesivas pero entonces no consiguen disgregarse ni dispersarse hasta un alcance adecuado en el líquido de lavado. La formación de pastillas se llevará a cabo a menudo con una presión suficiente para conseguir un compromiso entre estas propiedades deseables pero antagónicas. Sin embargo, continúa siendo deseable mejorar una u otra de estas propiedades sin detrimento de la otra, con el fin de mejorar el compromiso global.

30 Si una pastilla contiene tensioactivo orgánico, éste actúa como un aglutinante plastificante de la pastilla. Sin embargo, puede retrasar también la disgregación de la pastilla formando un gel viscoso cuando la pastilla entra en contacto con el agua. Por tanto, la presencia de un tensioactivo puede hacer más difícil conseguir tanto una buena resistencia como una buena velocidad de disgregación: el problema ha demostrado que es especialmente agudo con pastillas formadas comprimiendo polvos que contienen un tensioactivo y constituidas con un mejorador de la detergencia insoluble como aluminosilicato de sodio (zeolita).

35 El uso de partículas celulósicas en bruto como serrín o virutas de madera fue sugerido hace muchos años en el documento US-A-2560097, pero en el contexto de pastillas de único uso para un lavado a mano en el que el material sirve como un material de carga y las pastillas fueron disgregadas en uso mediante el manejo.

Es conocido incluir materiales cuya función es mejorar la disgregación de las pastillas cuando son colocadas en el agua de lavado. Por ejemplo, el documento EP-A-838519 anteriormente mencionado expone el uso de trihidrato de acetato de sodio para estos fines.

45 Generalmente, los compuestos solubles anteriores son producidos mediante reacciones sintéticas. Están siendo permanentemente buscados alternativas para estos compuestos solubles a partir de fuentes "renovables" como celulosa, con el fin de aumentar el contenido "natural" de las pastillas de detergentes. Está resultando crecientemente deseado un producto más "natural" por los consumidores.

50 Un cierto número de documentos ha expuesto que la disgregación de pastillas de una composición limpiadora puede ser acelerada incorporando en la pastilla una cantidad de un material polímero insoluble en agua pero expansible en agua. Estos documentos incluyen, por ejemplo el documento WO 98/40462 y documento WO 98/55583. Se describen también gránulos celulósicos en el documento DE 19901063 A (Henkel KGAA). Estos documentos describen el uso de un material celulósico derivado de madera y sometido a una cantidad sustancial de tratamiento previo antes de su incorporación en las pastillas. En algunos casos las fibras celulósicas son separadas de la materia prima, dispersadas en agua y seguidamente recuperadas usando un procedimiento análogo a la fabricación de papel. El documento WO 98/40462 menciona el uso de un material conocido en la industria papelera como pasta papelera "termomecánica". Las fibras obtenidas de la madera mediante tratamiento mecánico combinadas con una dispersión en agua contienen 60 generalmente 35% o más de celulosa y 30% o menos de lignina. El documento EP 0379599 describe también gránulos disgregantes basados en celulosa.

Las fibras de celulosa pueden ser químicamente tratadas para suprimir esta lignina, como se hace cuando se prepara papel blanco de alta calidad. En la industria papelera las fibras purificadas resultantes se denominan "fibras químicas".

65 Ha sido reconocido un cierto número de fuentes vegetales (así como de madera) como fuentes de fibras naturales útiles para fabricar telas (que pueden ser telas bastas como arpillera) cuerda o cordón. Estas incluyen plantas como agave que es una fuente de plantas de sisal, yute, lino y cañamo que son fuentes de fibras con los mismos nombres

ES 2 320 415 T3

y el ceibo, cuyas cápsulas de semillas producen miraguano. Si el material disgregante expansible en agua procede de una de estas plantas, puede ser proporcionado por las fibras de las plantas (como podría ser usado para la fabricación de materiales textiles o cuerdas), desmenuzado hasta un tamaño de partículas dado o puede ser proporcionado por residuos del material fibroso después de la separación de las fibras más largas. Las partículas favorecedoras de la disgregación pueden ser partículas de un material fibroso que contenga celulosa procedente de una fuente vegetal distinta de la madera. Esta puede ser el fruto de una planta o el tallo de una planta distinta de un árbol. Estos materiales incluirán también generalmente lignina, en general más de 35% en peso de este material consiste en lignina y, por tanto, puede ser denominado "lignocelulósico".

Se ha encontrado previamente que se puede conseguir una buena velocidad de disgregación de las pastillas y una satisfactoria resistencia de las pastillas a través del uso de un material celulósico que no proceda de la leña de los árboles (madera) o de un material vegetal que contenga tanto celulosa como lignina, que se puede obtener mediante la fragmentación de un material vegetal sin separación de sus fibras en una dispersión líquida en la pastilla, como se describe en las solicitudes de patentes previamente no publicadas de fecha anterior WO-A-00/77152 y WO-A-00/77153.

Sin embargo, una desventaja con los tipos de materiales descritos en los documentos WO-A-00/77152 y WO-A-00/77153 es que cuando son usados como un material disgregante para composiciones limpiadoras en forma de pastillas (composiciones detergentes), su color oscuro por naturaleza puede decolorar u oscurecer las composiciones limpiadoras y/o puede dejar residuos en los artículos tratados con las pastillas que comprenden estos materiales disgregantes. Esto puede hacer que las pastillas sean menos atractivas para el consumidor ya que su apariencia puede ser observada como decolorada y, por tanto, con menos atractivo estético que una alternativa coloreada más brillante. Cualesquiera residuos que se dejen sobre los artículos tratados son también apreciables a partir de materiales coloreados más oscuros.

De este modo, hay una necesidad en la técnica de hacer posible la incorporación de los tipos anteriormente mencionados de materiales disgregantes coloreados oscuros por naturaleza en dichas pastillas en cantidades eficaces, al mismo tiempo que se mantiene su apariencia atractiva para el consumidor. Es deseable también evitar la necesidad de colorear la pastilla para enmascarar cualquier decoloración a partir de la inclusión del material disgregante.

Es un objetivo de la presente invención proporcionar una pastilla de composición limpiadora que comprende una cantidad eficaz de dichos tipos de materiales disgregantes coloreados oscuros por naturaleza, pastillas que tengan una apariencia aceptable para el consumidor. Adicionalmente es un objetivo de la invención proporcionar pastillas de una composición limpiadora que no den lugar a niveles inaceptablemente elevados de residuos apreciables.

Se ha encontrado ahora que lo que antecede se puede conseguir mezclando dichos tipos coloreados oscuros por naturaleza de materiales disgregantes con ciertos materiales portadores para formar una partícula favorecedora de la disgregación expansible en agua que pueda ser incorporada en la pastilla de material limpiador compactado. La presente invención proporciona pastillas con propiedades estéticas y propiedades de disgregación y resistencia aceptables.

Este resultado es sorprendente porque no era de esperar que el problema de la decoloración de la pastilla pudiera superarse al mismo que se proporciona una disgregación eficaz de las pastillas. Sería de esperar que, con el fin de proporcionar una disgregación eficaz de la pastilla, se necesitara una cantidad dada de dichos tipos coloreados y oscuros por naturaleza de material disgregante que a su vez decolorarían la pastilla, incluso si se mezclara este material disgregante con otros materiales.

De este modo, según un primer aspecto de esta invención se proporciona una pastilla de una composición limpiadora en forma de partículas compactadas que comprende al menos un ingrediente limpiador que es un tensioactivo orgánico, un mejorador de la detergencia o un blanqueador, en que la pastilla o una zona discreta de la misma comprende partículas favorecedoras de la disgregación expansibles en agua comprendiendo dichas partículas:

(a) un material de disgregación que es un material celulósico de origen vegetal distinto de madera y que tiene un contenido de lignina de más de 35% en peso y

(b) un material portador que tiene una solubilidad en agua desionizada a 20°C de 1 gramo por litro o menos y que comprende una arcilla.

Un material preferido que va a ser empleado como el material de disgregación a) es de partículas de material de envoltura del coco, también conocido como hilado de coco.

El material portador b) comprende una arcilla, preferentemente una arcilla de esmectita.

En un segundo aspecto, esta invención proporciona un procedimiento para preparar una pastilla de una composición limpiadora en forma de partículas compactadas o una zona de la misma que comprende al menos un ingrediente limpiador que es un tensioactivo orgánico, un mejorador de la detergencia o un blanqueador, procedimiento que comprende mezclar partículas favorecedoras de la disgregación solubles en agua que comprenden a) un material de disgregación que es un material celulósico de origen vegetal distinto de madera y que tiene un contenido de lignina

ES 2 320 415 T3

de más de 35% en peso y b) un material portador que tienen una solubilidad en agua desionizada a 20°C de 1 gramo por litro o menos, con otros ingredientes en forma de partículas, para formar una composición limpiadora en forma de partículas y compactar una cantidad de la composición limpiadora en forma de partículas en un molde para formar una pastilla o zona de la misma.

5 En un tercer aspecto, esta invención proporciona partículas favorecedoras de la disgregación expansibles en agua que comprenden:

10 a) un material de disgregación que es un material celulósico de origen vegetal distinto de madera y que tiene un contenido de lignina de más de 35% en peso y

b) un material portador que tiene una solubilidad en agua desionizada a 20°C de 1 gramo por litro o menos.

15 Es especialmente preferido que el material de disgregación a) comprenda un material de envoltura de coco. Una combinación especialmente preferida es un material de envoltura de coco con una arcilla, especialmente una arcilla de esmectita como una arcilla bentonita.

20 En un cuarto aspecto, la invención proporciona un procedimiento para preparar partículas favorecedoras de la disgregación expansibles en agua, comprendiendo dicho procedimiento las etapas de poner en contacto:

a) un material de disgregación que es un material celulósico de origen vegetal distinto de madera y que tiene un contenido de lignina de más de 35% en peso con

25 b) un material portador que tiene una solubilidad en agua desionizada a 20°C de 1 gramo por litro o menos, para producir una mezcla, y compactar la mezcla para producir las partículas.

Esta invención tiene la ventaja de que proporciona una disgregación eficaz de la pastilla usando materiales naturales mientras proporciona una apariencia de la pastilla que es todavía aceptable para el consumidor.

30 La solubilidad del material portador b) es medida en agua desionizada a 20°C a pH 7.

Esta invención es particularmente aplicable cuando las pastillas contienen tanto tensioactivo como mejorador de la detergencia, como en pastillas para el lavado de telas o para máquinas lavavajillas.

35 *Pastillas de zonas discretas/completas*

Una pastilla de esta invención puede ser homogénea o heterogénea. En la presente memoria descriptiva, el término "homogénea" es usado para indicar una pastilla producida mediante la compactación de una única composición en forma de partículas, pero no implica que todas las partículas de esa composición sean necesariamente de composición idéntica. El término "heterogénea" es usado para indicar una pastilla que consiste en una pluralidad de zonas discretas, por ejemplo, capas, inserciones o revestimientos, cada una de las cuales es una matriz de partículas derivadas por compactación de una composición en forma de partículas. En una pastilla heterogénea según la presente invención, cada zona discreta de la pastilla tendrá preferentemente un peso de al menos 3 gramos.

45 En una pastilla heterogénea, al menos una de las zonas discretas contiene una de dichas partículas favorecedoras de la disgregación expansibles.

50 Hay un cierto número de posibilidades relativas a las pastillas heterogéneas. El material expansible en agua puede estar o no estar incluido en cada zona de una pastilla heterogénea, incluso aunque las zonas difieran unas de otras en alguna característica de su composición. Por tanto, el material expansible en agua puede estar presente a concentraciones diferentes en zonas diferentes de la pastilla; puede estar presente en una zona y ausente de otra o puede estar presente a igual concentración en cada zona de la pastilla.

55 *Las partículas favorecedoras de la disgregación expansibles en agua*

Las partículas favorecedoras de la disgregación expansibles en agua según la invención comprenden un material de disgregación y un material portador, como se describe en la presente memoria descriptiva.

60 a) *Material de disgregación*

El material de disgregación es un material celulósico de origen vegetal distinto de madera y que tiene un contenido de lignina de más de 35% en peso. Preferentemente, el material de disgregación comprende al menos 40% en peso de lignina.

65 Es especialmente preferido que el material de disgregación comprenda un material de envoltura de coco. Es preferido también que el material de disgregación tenga un tamaño medio de partículas de 120 micrómetros o menos, más preferentemente 100 micrómetros o menos, lo más preferentemente 80 micrómetros o menos, por ejemplo, 70

ES 2 320 415 T3

micrómetros o menos, antes de ser combinado con el material portador para formar las partículas favorecedoras de la disgregación solubles en agua.

El tamaño de partículas como se cita en la presente memoria descriptiva es medido tamizando los gránulos y recogiendo los tamizados. El peso de las fracciones tamizadas se representa gráficamente frente al tamaño de partículas de las fracciones y seguidamente se calcula el tamaño medio ponderal de las partículas en siguiendo el método definido por Rosin y Rammler, J. Inst. Fuel, 7, 29-36 (1933) para proporcionar el tamaño de partículas medio ponderal. Todos los tamaños de partículas citados en la presente memoria descriptiva son tamaños de partículas medios ponderales determinados mediante este método, salvo que se establezca otra cosa.

Si el material disgregante expansible en agua procede de una fuente vegetal distinta del coco, puede ser proporcionado por las fibras vegetales (como podría ser usado para la preparación de materiales textiles o cuerdas), desmenuzando hasta un tamaño de partículas como se expuso anteriormente o puede ser proporcionado por residuos del material fibroso después de la separación de fibras más largas.

Los cocos, del árbol *Cocos nucifera* tienen una envoltura fibrosa (más correctamente “mesocarpo”) que rodea a la cáscara dura. Es una norma convencional separar las fibras de esta envoltura y utilizarlas como una materia textil basto o de cuerda denominado “hilado de coco”. El residuo después de la separación de las fibras puede ser utilizado en horticultura como un sustituto de la turba. Este material es denominado en la presente memoria descriptiva “cocoturba”.

Para esta invención, el material de envoltura que es usado puede ser de fibras de cocos maduros o inmaduros, proporcionando estos últimos las fibras más claras. Alternativamente, el material puede ser un residuo de la envoltura que se deja después de la separación de al menos algunas fibras. En cualquier caso, el material es desmenuzado en la medida necesaria, por ejemplo, triturado hasta un tamaño de partículas adecuado.

Si se desea, este material derivado del coco puede ser sometido a un tratamiento blanqueador para aclarar su color.

Es una característica del material de la envoltura del coco que contiene una proporción elevada de lignina así como algo de celulosa. Normalmente, contiene lignina en una cantidad que es al menos un 40% de su peso global, aunque este puede ser reducido en el transcurso de cualquier tratamiento blanqueador, por ejemplo, hasta al menos 35% en peso de lignina. La cantidad de lignina puede sobrepasar la cantidad de celulosa. En materiales naturales, la lignina se conoce que disminuye la penetración de agua a través de las paredes celulares, sugiriendo que la presencia de lignina puede restringir la expansión de las partículas.

El material de disgregación puede ser mezclado con una pequeña cantidad de tensioactivo (quizás en una cantidad de 0,01 a 1% en peso de las partículas expansibles en agua) de forma que estas partículas disgregantes no floten en la superficie del líquido de lavado después de la disgregación de una pastilla que las contiene. Esta mezcla, se puede producir directamente con el material de disgregación antes de ser mezclado con el vehículo o después de que se haya formado la partícula de disgregación.

b) *Material portador*

El material portador tiene una solubilidad en agua desionizada a 20°C de 1 gramo por litro o menos antes de ser combinado con el material de disgregación. El material portador comprende preferentemente un material insoluble en agua.

El material portador puede ser, por ejemplo, un óxido metálico y especialmente de los metales del grupo IV como dióxido de titanio, un aluminosilicato complejo (como una zeolita), un mejorador de la detergencia (ablandante del agua) o un hidrato de carbono complejo, con la condición de que los materiales escogidos tengan las características necesarias de solubilidad. Si se usa un aluminosilicato complejo, puede tener una relación en peso de Al:Si en el intervalo de 0,1 a 0,9.

El uso de materiales que actúan como un mejorador de la detergencia (o ablandante del agua) tiene la ventaja de que las partículas favorecedoras de la disgregación se forman a partir de ingredientes que tienen una funcionalidad cuando se usa la pastilla. Ejemplos adecuados incluyen zeolitas, silicatos, sílice, fosfatos de calcio que incluyen ortofosfato de calcio y metafosfato de calcio.

Alternativamente, el material portador puede ser cualquier sal orgánica o inorgánica con las características de solubilidad necesarias. Ejemplos adecuados incluyen calcita (carbonato de calcio), carbonato de calcio-magnesio (dolomita), oxalato de calcio, d-tartrato de calcio, carbonato de calcio, oxalato de magnesio y ortofosfato de magnesio. Los agentes de estabilización del blanqueo adecuados que pueden ser usados material portador incluyen metasilicato de magnesio y ortosilicato de magnesio.

El material portador comprende arcilla (un aluminosilicato complejo). La arcilla puede ser una arcilla expansible o una arcilla que no es expansible, aunque son preferidas las arcillas expansibles. Las arcillas especialmente preferidas incluyen arcillas esmectitas y la arcilla bentonita se ha encontrado que es muy eficaz. Es conocido incluir gránulos de arcilla bentonita en pastillas de lavandería como se describe en el documento DE 19915321.

ES 2 320 415 T3

Las esmectitas son minerales de arcilla 2:1 en las que está presente óxido de aluminio o magnesio en un retículo de silicato.

5 Los minerales adecuados de arcillas esmectitas incluyen montmorillonita, biedillita, hectorita, nontronita, saponita y sauconita, particularmente las que tienen un ion de metal alcalino o alcalinotérreo entre las capas de mineral de arcilla. La montmorillonita es el mineral preferido y las arcillas que contienen una mayoría de montmorillonita, como la bentonita, son una fuente preferida de este material arcilloso. Puede ser preferido que la arcilla sea al menos un 90% de montmorillonita. Las bentonitas que contienen montmorillonita de calcio o sodio (conocidas como bentonitas de calcio o sodio) son particularmente preferidas.

10 Las arcillas bentonitas adecuadas son comercializadas bajo las marcas registradas de arcillas Laundrosil DW, M630 Agglomerat y EX 0276 Agglomerat disponibles en la empresa Süd Chemie, Alemania, Detercal G1 FC y Detercal G2 FC disponibles en la empresa Laviosa, Italia, arcilla Bentonite QPC 200G y QTIC 200G disponibles en la empresa Colin Stewart Minerals, Reino Unido.

15 Una combinación particularmente buena se ha encontrado que es un material de envoltura de coco con una arcilla como arcilla bentonita.

20 Se prefiere que el material portador b) no sea de color más oscuro (al ser valorado a simple vista) que el material de disgregación a). Preferentemente el material portador es de color más claro que el material de disgregación. No es esencial que se use un material de color blanco o muy claro como material portador, pero esto tiene la ventaja de reducir el nivel global de coloración de las partículas favorecedoras de la disgregación expansibles en agua. Sin embargo, es posible colorear el material portador o las partículas favorecedoras la disgregación, por ejemplo, mediante el uso de sustancias colorantes si se desea según los requisitos de las características estéticas de las pastillas.

25 El grado de coloración (claridad) del material disgregante, material portador y partículas favorecedoras de la disgregación expansibles en agua puede ser medido también mediante el ensayo descrito por la entidad Commissions International d'Eclairage publicación 15.2 "colourimetry" segunda edición. El método de ensayo proporciona una medición del grado de claridad de un material por medio de un índice L (claridad) en el intervalo de 0 a 100. Un índice de L de 100 indica el material más claro y 0 indica el material más oscuro. El índice de L del material portador se sitúa preferentemente en el intervalo de 65-10, preferentemente 75 a 100, más preferentemente 85-100. Los valores de a y b son proporcionados también por el ensayo y esto se indica en el color del material del ensayo. Sin embargo, esto es menos importante que el índice de la claridad del material.

35 Las partículas favorecedoras de la disgregación expansibles en agua comprenden preferentemente el material de disgregación a) y el material portador b) en una relación en peso de 15:85 a 85:15, más preferentemente 30:70 a 70:30, especialmente 40:60 a 60:40.

40 Para las relaciones más elevadas de material de disgregación a), por ejemplo, 80:20, puede ser necesario usar presiones de compactación más elevadas de lo habitual para formar las partículas favorecedoras de la disgregación ya que a veces las pastillas formadas a partir de estas partículas favorecedoras de la disgregación no son suficientemente robustas para resistir el transporte y almacenamiento normal a menos que se usen presiones de compactación de las pastillas más elevadas.

45 Las partículas favorecedoras de la disgregación comprenden preferentemente el material de disgregación a) en una cantidad de 0,1% a 90% en peso, preferentemente 15% a 80% o 85% en peso, más preferentemente 15% o 20% a 50%, 60% o 70% en peso basado en el peso total de las partículas favorecedoras de la disgregación.

50 Las partículas favorecedoras de la disgregación comprenden preferentemente el material portador b) en una cantidad de 10% a 99,5% en peso, preferentemente 20 a 80% o 85% en peso, más preferentemente 20% o 25% a 60% o 70% en peso basado en el peso total de las partículas favorecedoras de la disgregación.

55 Cuando la cantidad de material de disgregación a) y material portador b) en total no es un 100% en peso de la partícula del gránulo, está presente otro material en la partícula en una cantidad de forma que el peso total de estos componentes sea de 100% en peso de la partícula.

60 Un ejemplo de una partícula favorecedora de la disgregación es uno que comprende 0,5 a 50% en peso del material de disgregación a) y 99,5% a 50% en peso del material portador b). Opcionalmente, puede ser incluido también un material aglutinante en la partícula, preferentemente en una cantidad de 0,1 a 10% en peso de la partícula.

65 Las partículas favorecedoras de la disgregación expansibles en agua pueden comprender adicionalmente un material aglutinante. El aglutinante puede estar presente en las partículas en una cantidad hasta 15% o 20% en peso, preferentemente 0,1% a 10% en peso, más preferentemente 1 a 55 en peso basado en el peso total de dichas partículas. Preferentemente, el aglutinante es un polímero soluble en agua. Los aglutinantes especialmente preferidos incluyen polietilenglicoles con un peso molecular en el intervalo de 300 a 6000.

Las partículas favorecedoras de la disgregación expansibles en agua tienen preferentemente un tamaño medio de partículas, antes del contacto con agua, en un intervalo de 250 a 1500 micrómetros, más preferentemente 400

ES 2 320 415 T3

hasta 1100 o 1500 micrómetros. Es particularmente preferido un tamaño medio de partículas en un intervalo de 700 a 1000 micrómetros. Es deseable que se supriman sustancialmente todas las partículas mayores que 2 mm (2000 micrómetros), por ejemplo, mediante tamizado.

5 El tamaño medio de partículas citado en la presente memoria descriptiva se mide tamizando el material y reco-
giendo los tamizados. El peso de las fracciones tamizadas se representa gráficamente frente al tamaño de partículas
de las fracciones y seguidamente se calcula el tamaño medio ponderal de las partículas siguiendo el método definido
por Rosin y Rammles J. Inst. Fuel, 7, 29-36 (1933) para proporcionar el tamaño medio de partículas ponderal. Todos
los tamaños de partículas citados en la presente memoria descriptiva son tamaños medios ponderales de partículas
10 determinados mediante este método, salvo que se establezca otra cosa.

Las partículas favorecedoras de la disgregación expansibles en agua están presentes preferentemente en la pastilla
en una cantidad de 0,1 a 15%, más preferentemente 0,5 a 10%, lo más preferentemente 3 a 9% en peso, basado en el
15 peso total de la pastilla. Se han encontrado resultados especialmente buenos usando cantidades en el intervalo de 3,5
a 8% en peso, por ejemplo, 4,5 a 6% basado en el peso total de la pastilla.

Cuando la pastilla contiene una pluralidad de zonas discretas, las partículas favorecedoras de la disgregación pue-
den estar distribuidas de forma igual o desigual en todas estas zonas. En una realización preferida, una pastilla contiene
una pluralidad de zonas discretas, de las que al menos alguna contiene una concentración mayor de las partículas fa-
vorecedoras de la disgregación que otra zona de la pastilla.
20

La densidad de partículas de las partículas favorecedoras de la disgregación expansibles en agua está normalmen-
te en el intervalo de 0,4 a 2,7 g/cm³, preferentemente 0,8 a 2,5 g/cm³, más preferentemente 1,0 a 2,3 g/cm³, más
preferentemente 1,4 a 2,1 g/cm³.
25

Preparación de las partículas favorecedoras de la disgregación

Las partículas favorecedoras de la disgregación expansibles en agua pueden ser preparadas mediante un proce-
30 dimiento que comprende las etapas de poner en contacto el material disgregante a) con el material portador b) y
compactar seguidamente la mezcla resultante a una presión adecuada y durante un período de tiempo adecuado y, si
es necesario, desmenuzar la mezcla compactada en forma de partículas disgregantes.

La mezcla de estos materiales se puede llevar a cabo por medio de un aparato estándar para mezclar sólidos en
35 forma de partículas. Se pueden incorporar otros ingredientes en esta fase, por ejemplo, tensioactivo y aglutinante. Si
se incorpora un aglutinante, puede ser añadido en forma de partículas durante esta operación de mezcladura. Alternati-
vamente, si puede ser fundido, el material aglutinante puede ser pulverizado sobre la mezcla o sobre un ingrediente
en forma de partículas de la mezcla.

La compactación de la mezcla se puede llevar a cabo haciéndola pasar entre un par de rodillos. El aparato adecuado,
40 un compactador de rodillos tiene un tornillo alimentador que suministra la mezcla a la línea de contacto de los rodillos.
La velocidad del tornillo alimentador y, por tanto, la cantidad de material suministrado a la línea de contacto de los
rodillos debe ser suficientemente elevada para hacer pasar una corriente no desmoronada de material a través de los
rodillos, pero no tan elevada como para el que el material se convierta en una masa.

La lámina de material procedente de los rodillos es seguidamente desmoronada y triturada hasta el tamaño de
partículas necesario.

La presión de compactación y el tiempo de compactación usados para comprimir la mezcla para formar las par-
tículas favorecedoras de la disgregación variarán según la mezcla y el aparato de compactación usado. La presión de
50 compactación está preferentemente en el intervalo de 1000 a 10000 kg por 15,2 cm², más preferentemente 2000 a
8000 kg por 15,2 cm², como 2800 a 8000 kg por 15,2 cm². Los tiempos de compactación están habitualmente en el
intervalo de 15 segundos a 2 minutos, por ejemplo, 30 a 90 segundos como aproximadamente 1 minuto.

Los fabricantes tanto del compactador de rodillos como de la maquinaria de trituración incluyen Hosokawa Beper
55 ubicada en Heilbromn, Alemania, Alexanderwerk ubicada en Remscheid, Alemania, y Fitzpatrick ubicada en Elm-
hurst, EE.UU.

Si las partículas de material disgregante van a ser mezcladas con tensioactivo como se describió anteriormente,
60 de forma que no acaben flotando en la parte superior del líquido de lavado, es deseable para estos fines pulverizar-
las con un tensioactivo aniónico líquido como Aerosil® OT, que es la sal de sodio del éster de 2-etilhexilo y ácido
sulfosuccínico.

Tal tensioactivo puede ser pulverizado en una cantidad que sea de 0,01 a 10% del peso de las partículas favorece-
65 doras de la disgregación expansibles en agua, preferentemente de 0,01 a 0,5% de su peso.

ES 2 320 415 T3

Compuestos tensioactivos

Las composiciones que son compactadas para formar pastillas o sus zonas discretas, según esta invención, contienen uno o más tensioactivos no jabonosos. En una composición de lavado de telas, estos proporcionan preferentemente de 5 a 50% en peso de la composición de la pastilla o zona de la misma, más preferentemente de 8 o 9% en peso de la composición hasta 35% o 40% en peso. Si la pastilla está compuesta por más de una zona discreta, entonces estas cantidades preferidas de tensioactivo se pueden aplicar a la pastilla en su conjunto.

Puede estar presente un tensioactivo orgánico como componente de formación de espuma en las partículas granuladas en una cantidad entre 10 y 70% en peso de las partículas, más preferentemente 15 a 50% en peso basado en el peso total de las partículas granuladas. La totalidad del tensioactivo en la composición puede estar contenida en estas partículas.

El tensioactivo puede ser aniónico (jabonoso o no jabonoso), catiónico, de iones híbridos, anfótero, no iónico o una combinación de estos.

En una pastilla para el lavado de telas, el tensioactivo aniónico puede estar presente en una cantidad de 0,5 a 50% en peso, preferentemente de 2% o 4% hasta 30% o 35% o 40% en peso de la pastilla o zona de la misma.

Para otros tipos de pastilla de detergente, por ejemplo, en una composición de máquina lavavajillas, el tensioactivo orgánico es probable que constituya de 0,5 a 8% en peso, más probablemente de 0,5 a 5% de la composición de la pastilla o zona de la misma y es probable que consista en un tensioactivo no iónico, solo o en una mezcla con un tensioactivo aniónico.

Los tensioactivos aniónicos sintéticos (es decir, no jabonosos) son bien conocidos por los expertos en la técnica. Ejemplos incluyen alquil-benceno-sulfonatos, particularmente alquilo lineal-benceno-sulfonatos de sodios que tienen una longitud de la cadena alquílica de C₈-C₁₅; olefino-sulfonatos; alcano-sulfonatos, dialquil-sulfouccinatos y sulfonatos de ésteres de ácidos grasos.

En algunas formas de esta invención, la cantidad de tensioactivo aniónico no jabonoso se sitúa en un intervalo de 5 a 20 o 35% en peso de la pastilla o zona de la misma.

Puede ser deseable también incluir uno o más jabones de ácidos grasos. Estos son preferentemente jabones de sodios derivados de ácidos grasos que se producen de forma natural, por ejemplo, los ácidos grasos de aceite de coco, cebo de ternera, aceite de girasol o de semilla de colza hidrogenado.

Los compuestos tensioactivos no iónicos adecuados que pueden ser usados incluyen, en particular, los productos de reacción de compuestos que tienen un grupo hidrófobo y un átomo de hidrógeno reactivo, por ejemplo, alcoholes alifáticos, ácidos, amidas o alquil-fenoles con óxido de alquilenos, especialmente óxido de etileno.

En ciertas formas de esta invención, la cantidad de tensioactivo no iónico se sitúa en un intervalo de 4 a 40%, mejor de 4 o 5 a 30% en peso de la composición de la pastilla o zona de la misma.

Muchos tensioactivos no iónicos son líquidos. Estos pueden ser absorbidos en las partículas de la composición antes de la compactación en forma de pastillas.

Los tensioactivos anfóteros que pueden ser usados conjuntamente con los tensioactivos aniónico o no iónicos, o ambos, incluyen anfopropionatos.

La categoría de tensioactivos anfóteros incluyen también óxidos de aminas y también tensioactivos de iones híbridos, apreciablemente betaínas.

Pueden ser posiblemente usados tensioactivos catiónicos. Éstos tienen frecuentemente un átomo de nitrógeno cuaternizado en un grupo de cabeza polar y un grupo de hidrocarburo unido de una longitud suficiente para que sea hidrófobo.

La cantidad de tensioactivo anfótero, si lo hay, puede ser posiblemente de 3% a 20 o 30% en peso de la pastilla o zona de la misma. La cantidad de tensioactivo catiónico, si lo hay, puede ser posiblemente de 1% a 10 o 20% en peso de la pastilla o zona de la misma.

Mejorador de la detergencia

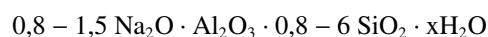
Una composición que es compactada para formar pastillas o zonas de pastillas contiene normalmente un agente que sirve para suprimir o secuestrar los iones de calcio y/o magnesio en el agua, es decir que actúa como un ablandante del agua. En el contexto de una composición detergente que contiene un tensioactivo orgánico, un agente ablandante del agua se denomina más habitualmente un mejorador de la detergencia.

ES 2 320 415 T3

En las pastillas de detergentes, la cantidad de mejorador de la detergencia es probable que sea de 5% a 80%, más habitualmente 10% o 15% a 60% en peso de la pastilla. En las pastillas cuya función principal o única es la de suprimir la dureza del agua, los mejoradores de la detergencia (agentes ablandantes del agua) pueden proporcionar de 50 a 98% en peso de la composición de la pastilla. El mejorador de la detergencia puede estar presente en partículas granuladas en una cantidad de 20 a 80% en peso, más preferentemente 30 a 60% en peso.

Los mejoradores de la detergencia pueden ser proporcionados en su conjunto por materiales solubles en agua o pueden ser proporcionados en gran parte o incluso completamente por un material insoluble en agua con propiedades de ablandamiento del agua.

Los aluminosilicatos de metales alcalinos son altamente favorables como mejoradores de la detergencia aceptables para el medio ambiente para el lavado de telas y son preferidos en esta invención. Los aluminosilicatos de metales alcalinos (preferentemente sodio) pueden ser cristalinos o amorfos o mezclas de los mismos, que tienen la fórmula general:



Estos materiales contienen alguna cantidad de agua unida (indicada como $x\text{H}_2\text{O}$) y es necesario que tengan una capacidad de intercambio de iones de calcio de al menos 50 mg de CaO/g .

Se describen materiales de intercambio iónico de aluminosilicato de sodio cristalino adecuados, por ejemplo, en el documento GB 1.429.143 (Procter & Gamble). Los aluminosilicatos de sodios preferidos de este tipo son las zeolitas A y X bien conocidas disponibles en el comercio y la zeolita P más reciente descrita y reivindicada en el documento EP 384070 (Unilever) y sus mezclas. Esta forma de zeolita P se denomina también "zeolita MAP". Una forma comercial de la misma es indicada "zeolita A24" y está disponible en la empresa Ineos Silicas Ltd, Reino Unido.

Supuestamente, un mejorador de la detergencia podría ser un silicato de sodio en capas como se describe en el documento US 4.664.839. NaSKS-6 es la marca registrada para un silicato en capas cristalino comercializado por la empresa Hoechst (comúnmente abreviado como "SKS-6"). El NaSKS-6 tiene la morfología delta- Na_2SiO_5 de silicato en capas.

Los mejoradores solubles en agua incluyen mejoradores de la detergencia inorgánicos que contienen fósforo que incluyen ortofosfatos, metafosfatos, pirofosfatos y polifosfatos de metales alcalinos.

Los mejoradores de la detergencia solubles en agua que no son de fósforo pueden ser orgánicos o inorgánicos. Los inorgánicos que pueden estar presentes incluyen carbonato de metal alcalino (generalmente sodio) mientras que los orgánicos incluyen polímeros de policarboxilatos como poliácridatos, copolímeros acrílicos/maleicos y fosfonatos acrílicos, policarboxilatos monómeros como citratos, gluconatos, oxidisuccinatos, mono-, di- y tri-succinatos de glicerol, carboximetiloxisuccinatos, carboximetiloximalonatos, dipicolinatos e hidroxietiliminodiacetatos. Pueden estar presentes también nitrilotriacetatos como nitrilotriacetato de sodio.

Las composiciones de pastillas incluyen preferentemente polímeros de policarboxilatos, más especialmente poliácridatos y copolímeros acrílicos/maleicos que tienen alguna función como agentes ablandantes del agua e inhiben también los depósitos no deseados sobre la tela desde el líquido de lavado.

Cuando la pastilla contiene un mejorador de la detergencia soluble en agua, está presente preferentemente en una cantidad de 10 a 80% en peso basado en el peso total de la pastilla o zona de la misma. Cuando la pastilla contiene un mejorador de la detergencia insoluble en agua, está presente preferentemente en una cantidad de 5 a 80% en peso basado en el peso total de la pastilla o zona de la misma.

Las pastillas que comprenden 4 a 50% en peso de tensioactivo y de 5 a 80% en peso de mejorador de la detergencia son especialmente preferidas para pastillas para el lavado de telas. Las pastillas que comprenden de 1 a 5% en peso de tensioactivo y de 5 a 98% en peso de mejorador de la detergencia son especialmente preferidas para pastillas para máquinas lavavajillas.

Para evitar dudas, cuando una pastilla es heterogénea, los intervalos de porcentajes para los componentes citados en la presente memoria descriptiva se pueden aplicar a la composición global de la pastilla y/o al menos a una zona de la pastilla.

Sistema opcional de blanqueo

Las composiciones en forma de pastillas según la invención pueden contener un sistema de blanqueo. Este comprende preferentemente uno o más compuestos blanqueadores de peróxigeno, por ejemplo, persales inorgánicas o peroxiácidos orgánicos, que pueden ser empleados conjuntamente con activadores para mejorar la acción blanqueante a bajas temperaturas de lavado.

ES 2 320 415 T3

Un tipo de activador de blanqueo que puede ser usado, pero que no es un precursor de blanqueo, es un catalizador de metales de transición como se describe en los documentos EP-A-458397, EP-A-458398 y EP-A-549272. Un sistema de blanqueo puede incluir también un estabilizador de blanqueo (secuestrante de metales pesados).

5 *Partículas favorecedoras de la disgregación solubles en agua opcionales*

Una pastilla o zona de una pastilla puede contener partículas solubles en agua para favorecer adicionalmente la disgregación además de las partículas expansibles en agua requeridas por esta invención.

10 Se prefiere que estas partículas favorecedoras de la disgregación solubles en agua opcionales constituyan de 0,1 a 30% en peso de la composición de la pastilla o zona de la misma, por ejemplo 2, 4 ó 6% en peso hasta 15%, 20%, 25% o 30% en peso de la pastilla o zona de la misma. Es preferido que estas partículas favorecedoras de la disgregación constituyan de 4% a 20% en peso de la composición.

15 Sin embargo, está dentro de esta invención que la cantidad de estas partículas favorecedoras de la disgregación sea baja, por debajo de 5% en peso de la pastilla o zona, existiendo una dependencia de las partículas expansibles en agua insolubles.

20 Como se explicará en detalle con posterioridad, estas partículas favorecedoras de la disgregación que contienen las formas anteriores de tripolifosfato de sodio pueden contener también otras formas de tripolifosfato de sodio u otras sales en el resto de su composición.

25 Se puede incluir también una pequeña proporción de los materiales solubles anteriormente mencionados en las partículas granuladas, que pueden contener un tensioactivo orgánico y/o mejorador de la detergencia, en una cantidad preferentemente de 1 a 25% en peso, más preferentemente 3 ó 5% a 10% ó 15% en peso de estas partículas granuladas.

30 Preferentemente, las partículas solubles en agua para favorecer adicionalmente la disgregación comprenden materiales, distintos de un tensioactivo jabonoso u orgánico, seleccionados entre compuestos que contienen al menos 40% (por peso de las partículas), mejor al menos 50% de uno o más materiales seleccionados entre el grupo que consiste en compuesto con una solubilidad en agua de al menos 50 gramos/100 gramos en agua desionizada a 20°C; o tri-
35 polifosfato de sodio que contiene al menos 40% de su propio peso de la forma anhidra de fase I, o tripolifosfato de sodio que está parcialmente hidratado con el fin de que contenga agua de hidratación en una cantidad que es al menos 0,5% en peso del tripolifosfato de sodio en las partículas, mejor al menos 1% en peso del tripolifosfato de sodio en las partículas.

Como se explicará adicionalmente con posterioridad, estas partículas favorecedoras de la disgregación pueden contener también otras formas de tripolifosfato u otras sales en el resto de su composición.

40 Una solubilidad de al menos 50 g/100 g de agua desionizada a 20°C es una solubilidad excepcionalmente elevada: muchos materiales que son clasificados como solubles en agua son menos solubles que esto.

Se citan a continuación algunos materiales altamente solubles en agua que pueden ser usados, con sus solubilidades expresadas como gramos de sólido para formar una solución saturada en 100 gramos de agua desionizada a 20°C:

45	<u>Material</u>	<u>Solubilidad en agua (g / 100 g)</u>
	Dihidrato de citrato de sodio	72
50	Carbonato de potasio	112
	Urea	>100
	Acetato de sodio	119
55	Trihidrato de acetato de sodio	76
	Sulfato de magnesio 7H ₂ O	71

60 Preferentemente, este material altamente soluble en agua es incorporado en forma de partículas del material en una forma sustancialmente pura (es decir, cada partícula contiene por encima de 95% en peso del material). Sin embargo, dichas partículas pueden contener material de esta solubilidad mezclado con otro material, con la condición de que el material de la solubilidad especificada proporcione al menos 40% en peso de estas partículas.

65 Los materiales solubles en agua preferidos que tienen una solubilidad que sobrepasa 50 g/100 g de agua desionizada a 20°C son dihidrato de citrato de sodio, urea, acetato de sodio y trihidrato de acetato de sodio. El acetato de sodio puede estar en una forma parcialmente o completamente hidratada. Un material especialmente preferido es acetato de sodio en una forma parcialmente o completamente hidratada.

ES 2 320 415 T3

Se puede preferir que el material altamente soluble en agua sea una sal que se disuelva en agua en una forma ionizada.

5 Específicamente, las pastillas de esta invención pueden contener una sal soluble en agua, con una solubilidad que sobrepase 50 gramos/100 gramos de agua desionizada a 20°C, ambas en forma de un pequeño porcentaje en dichas partículas granuladas y en forma de partículas separadas que se mezclan con ellas.

10 En las partículas granuladas que pueden contener tensioactivo y/o mejorador de la detergencia, esta sal altamente soluble en agua puede estar presente en una cantidad de 0 a 30% en peso de esas partículas, preferentemente de 3 a 10% o 15% de las mismas, mientras que los materiales añadidos a esas partículas antes de la formación de las pastillas pueden ser estas sales altamente solubles en una cantidad de 2 ó 5% hasta 15% ó 20% en peso de la formulación de la pastilla completa.

15 Las partículas pueden comprender tripolifosfato de sodio con más de 40% (por peso de las partículas), mejor 50% en peso de la forma de fase I anhidra y/o tripolifosfato de sodio que esté parcialmente hidratado con el fin de que contenga agua de hidratación en una cantidad que sea al menos 0,5% en peso, mejor 1% en peso del tripolifosfato de sodio. El nivel de hidratación se puede situar en un intervalo de 0,5 a 4% en peso, o puede ser más elevado. De hecho, se puede usar tripolifosfato de sodio completamente hidratado para proporcionar estas partículas. Las partículas que contienen esta forma de fase I contendrán a menudo la forma de fase I de tripolifosfato de sodio en forma de al menos 20 50% o 55% en peso del tripolifosfato de sodio en las partículas. Es posible que las partículas contengan al menos 40% en peso de tripolifosfato de sodio con el contenido necesario de fase I pero que esté también suficientemente hidratado con el fin de que contenga al menos 0,5% de agua por peso del tripolifosfato de sodio.

25 El tripolifosfato de sodio es muy bien conocido como un mejorador de la detergencia secuestrante en composiciones detergentes. Existe en una forma hidratada y dos formas anhidras cristalinas. Estas son las formas anhidras cristalinas normales, conocidas como fase II que es la forma a bajas temperaturas, y fase I que es estable a temperatura elevada. La conversión de fase II en fase I se produce de forma bastante rápida al calentar por encima de la temperatura de transición, que es de aproximadamente 420°C, pero la reacción inversa es lenta. Consecuentemente, el tripolifosfato de sodio de fase I es metaestable a temperatura ambiente.

30 Un proceso para la elaboración de partículas que contienen una elevada proporción de la forma de fase I de tripolifosfato de sodio mediante secado por aspersion por debajo de 420°C se proporciona en el documento US-A-4.536.377. Estas partículas deben contener también tripolifosfato de sodio que esté parcialmente hidratado. El alcance de la hidratación debe ser de al menos 0,5% en peso del tripolifosfato de sodio en las partículas. Se puede situar en un intervalo de 1 a 4% en peso, o puede ser mayor. De hecho, puede ser usado tripolifosfato de sodio completamente hidratado para proporcionar estas partículas.

40 El resto de la composición de la pastilla usada para formar la pastilla o zona de la misma puede incluir tripolifosfato de sodio adicional. Este puede estar en cualquier forma, incluido tripolifosfato de sodio con un elevado contenido de la forma de fase II anhidra. El material adecuado está disponible en el comercio. Los proveedores incluyen las empresas Rhone-Poulenc, Francia, y Albright & Wilson (actualmente Rhodia), Reino Unido.

45 Algunos países exigen que no se use ese fosfato. Para estos países, una pastilla con cero de fosfato de acuerdo con esta invención puede utilizar una cantidad adecuada, por ejemplo, 15% o más de un material favorecedor de la disgregación con una solubilidad de al menos 50 gramos/100 gramos a 20°C. Otros países permiten su uso, o al menos algún uso limitado de fosfato, haciendo posible usar algo de tripolifosfato de sodio.

Otros ingredientes opcionales

50 Las pastillas de la invención pueden contener también una de las enzimas de detergencia bien conocidas en la técnica por su capacidad para degradar y ayudar a la supresión de diversas suciedades y manchas.

Las pastillas de la invención pueden contener también un agente de contraste (abrillantador óptico).

55 Ventajosamente es incluido un material antiespumante si está presente un tensioactivo orgánico, especialmente si una pastilla de detergente está destinada principalmente para ser usada en máquinas lavadoras automáticas de tipo tambor de carga frontal. Los materiales antiespumantes adecuados están habitualmente en forma granular, como los descritos en el documento EP 266863 A (Unilever).

60 Puede ser deseable también que una pastilla de la invención contenga una cantidad de un silicato de metal alcalino, particularmente orto- meta- o di-silicato de sodio. La presencia de estos silicatos de metales alcalinos a niveles, por ejemplo, de 0,1 a 10% en peso, puede ser ventajosa para proporcionar una protección contra la corrosión de las partes metálicas en máquinas lavadoras, aparte de proporcionar alguna medida de mejora de la detergencia y proporcionar ventajas en la elaboración del material en forma que partículas que es compactado en forma de pastillas.

65 Otros ingredientes que pueden ser opcionalmente empleados en las pastillas de detergentes para el lavado de telas de la invención incluyen agentes anti-redepósito, agentes ablandantes de telas y colorantes o partículas coloreadas.

ES 2 320 415 T3

Densidad aparente y tamaño de partículas

Una pastilla de esta invención, o una zona discreta de esta pastilla, es una matriz de partículas compactadas.

5 Aunque la composición en forma de partículas de partida a partir de la cual se producen las pastillas puede tener en principio cualquier densidad aparente, y la presente invención puede ser especialmente relevante para pastillas de una composición detergente preparada compactando polvos de densidad aparente relativamente elevada, debido a su mayor tendencia a exhibir problemas de disgregación y dispersión. Estas pastillas tienen la ventaja, en comparación con una pastilla derivada de un polvo de baja densidad aparente de que una dosis dada de composición puede ser presentada en forma de una pastilla más pequeña.

De este modo, la composición en forma de partículas de partida puede tener adecuadamente una densidad aparente de al menos 400 gramos/litro, preferentemente al menos 500 gramos/litro y posiblemente al menos 600 gramos/litro.

15 Los tamaños de partículas pueden ser controlados en el procedimiento de fabricación de cualesquiera partículas incluidas en la composición. Las partículas de tamaño excesivo habitualmente son separadas mediante tamizado (por ejemplo, mediante un tamiz de Mogensen) al final del procedimiento de producción, seguido de trituración y reciclado de la fracción de tamaño excesivo separada. Las partículas de tamaño excesivamente pequeño pueden ser separadas también mediante tamizado o, si el procedimiento de fabricación emplea un lecho fluidizado, las partículas de tamaño excesivamente pequeño pueden ser atrapadas en la corriente de aire y posteriormente recuperadas de la misma para reciclarlas a una fase de granulación.

Se prefiere que el tamaño medio de partículas de las partículas granuladas que forman la composición en forma de partículas a partir de la cual se forma la pastilla sea entre 200 y 2000 micrómetros, más preferentemente entre 400 y 1100 micrómetros, como entre 500 y 1000 micrómetros. Preferentemente no más de un 5% de estas partículas son más pequeñas que 200 micrómetros mientras no más de 5% son mayores que 1400 micrómetros. Las partículas finas, más pequeñas que 180 micrómetros o 200 micrómetros pueden ser eliminadas tamizando antes de la formación de las pastillas, si se desea, aunque se ha observado que esto no siempre es esencial.

30 Los materiales que son mezclados con las partículas granuladas pueden cumplir también estos requisitos relativos al tamaño de partículas.

Producción del polvo no compactado

35 Una composición que es compactada en forma de una pastilla o zona de una pastilla puede contener partículas que han sido preparadas secando por aspersión o por granulación y que contienen una mezcla de ingredientes. Estas partículas pueden contener tensioactivo detergente orgánico y algo o la totalidad del agente de ablandamiento del agua (mejorador de la detergencia) que está presente también en una pastilla de detergente.

40 Las composiciones detergentes granulares de densidad aparente elevadas preparadas mediante granulación y densificación en un mezclador/granulador a velocidad elevada, como se describe y reivindica en los documentos EP-A-340013 (Unilever), EP-A-352135 (Unilever) y EP-A-425277 (Unilever) o mediante los procedimientos continuos de granulación/densificación descritos y reivindicados en los documentos EP-A-367339 (Unilever) y EP-A-390251 (Unilever) son inherentemente adecuados para ser usados en la presente invención.

45 Otro procedimiento particularmente adecuado para la preparación de un polvo de detergente de densidad aparente elevada se describe en el documento WO-A-98/11193 (Unilever).

Cualesquiera partículas separadas que contengan componentes adicionales de la formulación acabada pueden ser mezcladas con el polvo de base antes de la compactación. Preferentemente, las partículas separadas del material favorecedor de la disgregación necesario para esta invención, o cualesquiera partículas opcionales solubles en agua para favorecer la disgregación, son mezcladas con el resto de la composición en forma de partículas antes de la compactación.

Formas y proporciones de los productos

La presente invención puede ser realizada especialmente en forma de una pastilla para el lavado de telas que generalmente contendrá, globalmente, de 5 a 50% en peso de un tensioactivo y de 5 a 8% en peso de un mejorador de la detergencia (agente de ablandamiento del agua). Las partículas favorecedoras de la disgregación expansibles en agua de la invención pueden estar presentes en una cantidad de 0,1% a 15% en peso de la composición. El blanqueador de peróxígeno puede estar presente y, si lo está, es probable que esté en una cantidad que no sobrepasa un 45% en peso de la composición total.

65 Una pastilla homogénea o cualquier zona de una pastilla homogénea que contenga partículas favorecedoras de la disgregación expansibles en agua de acuerdo con esta invención contendrá generalmente dichas partículas en una cantidad de 0,1 a 15% en peso basado en el peso total de la pastilla o esa zona. Una cantidad que está específicamente prevista está en el intervalo de 2 a 6% en peso.

ES 2 320 415 T3

En el caso de una pastilla heterogénea, una zona que contenga partículas favorecedoras de la disgregación expansibles en agua de acuerdo con esta invención puede contener también tensioactivo en una cantidad que sea de 5 a 50% en peso de esa zona y mejorador de la detergencia en una cantidad que sea de 5 a 80% en peso de esa zona.

5

Formación de las pastillas y propiedades de las pastillas

Una composición que debe ser compactada en forma de una pastilla o zona de pastilla puede ser preparada mezclando las partículas favorecedoras de la disgregación de la invención con cualesquiera otros ingredientes en forma de partículas con el fin de formar una composición limpiadora en forma de partículas. Apreciablemente, estos ingredientes en forma de partículas pueden incluir otras partículas solubles en agua para favorecer la disgregación. La compactación se puede producir adecuadamente compactando una cantidad de la composición en forma de partículas en un molde para formar una pastilla o zona de una pastilla.

Se conoce una diversidad de maquinarias de formación de pastillas que pueden ser usadas. Generalmente, funcionará estampando una cantidad de la composición en forma de partículas que es confinada en una matriz. La formación de las pastillas se puede llevar a cabo a una temperatura por encima o por debajo de la ambiente. La temperatura por encima de la ambiente puede permitir que se consiga una resistencia adecuada con menos presión aplicada durante la compactación. Con el fin de llevar a cabo la formación de las pastillas a una temperatura que esté por debajo o por encima de la ambiente, la composición en forma de partículas es suministrada preferentemente a la maquinaria de formación de pastillas a una temperatura reducida o elevada. Naturalmente esto suministrará un enfriamiento o calor a la maquinaria de formación de pastillas, pero la maquinaria puede ser enfriada o calentada también de algún otro modo. Si se suministra algún calor, está previsto que este se suministrará de forma convencional, como haciendo pasar la composición en forma de partículas a través de una estufa, en lugar de mediante cualquier aplicación de energía microondas.

El tamaño de una pastilla variará adecuadamente en el intervalo de 10 a 160 gramos, preferentemente de 15 a 60 g dependiendo de las condiciones de uso previsto y de si representa una dosis para una carga media en una máquina lavadora o lavavajillas o una parte fraccionada de esta dosis. Las pastillas pueden tener cualquier forma. Sin embargo, para una mayor facilidad del envasado, son preferentemente bloques de sección transversal sustancialmente uniformes, como cilindros o cuboides.

La densidad global de una pastilla para lavar telas se sitúa preferentemente en un intervalo de 1040 o 1050 gramos/litro, preferentemente al menos 1100 gramos/litro hasta 1400 gramos/litro. La densidad de la pastilla se puede situar en un intervalo hasta no más de 1350 o incluso 1250 gramos/litro. La densidad global de una pastilla de alguna otra composición limpiadora, como una pastilla para una máquina lavavajillas o en forma de un aditivo blanqueante, puede variar en el intervalo hasta 1700 gramos/litro y a menudo se situará en un intervalo de 1300 a 1550 gramos/litro.

La densidad de las pastillas, en su estado seco preparadas sobre la prensa de compactación, puede ser determinada según su resistencia a la fractura diametral DFS, que se calcula a partir de la ecuación:

$$DFS = \frac{2F_{\max}}{\pi Dt}$$

45

en la que DFS es la tensión de fractura diametral en pascales, F_{\max} es la carga aplicada en Newtons para provocar la fractura, D es el diámetro de la pastilla en metros y t es el grosor de la pastilla en metros. El ensayo se lleva a cabo usando un instrumento de ensayos universal de tipo Instron para aplicar una fuerza de compresión sobre un diámetro de la pastilla (es decir, perpendicular al eje de una pastilla cilíndrica). Es preferido que las pastillas tengan una DFS de al menos 20 kPa, más preferentemente al menos 25 kPa como 30 kPa o más.

55

60

65

Ejemplos

Ejemplos 1 a 5

5 *Preparación de las partículas disgregantes*

Las partículas disgregantes según la invención se prepararon mediante el siguiente método y tenían las composiciones proporcionadas en la Tabla 1.

TABLA 1

Partículas disgregantes

	Ej. 1 % p	Ej. 2 % p	Ej. 3 % p	Ej. 4 % p	Ej. 5 % p
Polvo de fibra de coco*1	15	25	40	60	80
Arcilla bentonita*2	85	75	60	40	20
Total	100 % p	100 % p	100 % p	100 % p	100 % p

*1 Fibra de coco triturada hasta un tamaño medio de partículas de menos de 120 micrómetros antes de la incorporación en el ejemplo.

*2 Polvo de arcilla de bentonita, disponible QPN200 en la empresa Colin Stewart Minchem.

Las partículas disgregantes se prepararon mezclando conjuntamente en las proporciones establecidas el polvo de fibra de coco y la arcilla y compactando seguidamente la mezcla en una máquina compactadora Carver usando una presión de compactación de 3000 kg o 6000 kg a un 15% de velocidad con un tiempo de residencia de 1 minuto y usando una matriz de 45 mm de diámetro. Para cada uno de los Ejemplos 1 a 5, se preparó un conjunto de partículas disgregante (ejemplos 1A a 5A) a 3000 kg y se preparó otro conjunto (ejemplos 1B a 5B) a 6000 kg. Este material compactado se trituró seguidamente en una máquina trituradora IKA y los gránulos resultantes se tamizaron para aislar la fracción en el intervalo de tamaño de partículas de 500-1400 micrómetros. Las partículas en esta fracción tamizada se usaron en los Ejemplos 6 a 10.

(Tabla pasa a página siguiente)

ES 2 320 415 T3

Ejemplos 6 a 10 y ejemplo comparativo A

Se preparó un polvo de base de detergente según la formulación proporcionada en la Tabla 2. La formulación del polvo de base se preparó usando una tecnología de granulación conocida para producir un polvo de gas. Los ingredientes del agente de contraste y posteriores se añadieron con posterioridad al polvo de base granulado para producir el polvo de base de detergente.

TABLA 2
Polvo de base de detergente

Ingrediente	% en peso
Alquilo lineal-benceno-sulfonato de sodio	12,34
Tensioactivo no iónico (alcohol graso ramificado C13-15 7EO)	3,53
Tensioactivo no iónico (alcohol graso ramificados C13-15 3EO)	1,89
Jabón	0,94
Zeolita A24*3	27,6
Trihidrato de acetato de sodio	3,53
Carbonato de sodio	4,1
Carboximetil-celulosa de sodio (SCMC) (69% en peso activa)	0,55
Humedad y NDOM*4	4,97
Adyuvante de agente de contraste	2,17
Sokalan HP23 (polímero supresor de la suciedad activo al 18% en peso)*5	1,45
Dihidrato de citrato de sodio	5,07
Gránulos de TAED (83% activo)	5,44
Percarbonato de sodio (revestido)*6	20,3
Gránulos de silicato de sodio (80% activo)	4,35
Granulado de EDTMP (Dequest 2047)*7	1,04
Granulado de EHDP (Dequest 2016)*8	0,72
Total	100

*3 Zeolita A24 es una zeolita P con contenido máximo de aluminio de la empresa Crosfield (actualmente Ineos Silicas, Reino Unido).

*4 NDOM es una materia orgánica no detergente.

*5 Sokalan HP23 es un copolímero injertado de poli(óxido de etileno) y poli(acetato de vinilo) disponible en la empresa BASF.

*6 Percarbonato revestido disponible en la empresa Interlox.

*7 Dequest 2047 es etilendiamino-tetrametileno-fosfonato disponible en la empresa Monsanto.

*8 Dequest 2016 es etileno-hidroxi-difosfonato disponible en la empresa Monsanto.

La cantidad de zeolita MAP (zeolita A24) en la tabla anterior es la cantidad que estaría presente si fuera anhidra. Su pequeño contenido de acompañamiento de humedad está incluido como parte de la humedad e ingredientes menores. La carboximetil-celulosa de sodio es un polímero anti-redepósito soluble en agua comúnmente usado.

ES 2 320 415 T3

5 A partes de 90 gramos de este polvo de base de detergente se añadieron 5 gramos de trihidrato de acetato de sodio y 5 gramos de las partículas disgregantes detalladas en la Tabla 3 para producir los ejemplos 6 a 10. Los dos conjuntos de partículas disgregantes, uno formado a 3000 kg por 15,2 cm² y uno formado a 6000 kg por 15,2 cm², se usaron para producir un conjunto A y un conjunto B de cada uno de los Ejemplos 6 a 10 y A. El conjunto A usó las partículas disgregantes formadas a 3000 kg por 15,2 cm² y el conjunto B usó las partículas disgregantes formadas a 6000 kg por 15,2 cm². Las composiciones se mezclaron bien. El Ejemplo comparativo A se formó añadiendo a una parte de 95 gramos del polvo de base de detergente anterior 5 gramos de trihidrato de acetato de sodio. Se formaron así los Ejemplos 6A y 6B a 10A y 10B. Los números de ejemplos 1 a 5 en la tabla siguiente se refieren a la partícula favorecedora de la disgregación formada en los ejemplos 1 a 5 anteriores.

TABLA 3

Ejemplos 6 a 10 y ejemplo comparativo A

	Ej. 6 % p	Ej. 7 % p	Ej. 8 % p	Ej. 9 % p	Ej. 10 % p	Ej. A % p
Polvo de base	90,0	90,0	90,0	90,0	90,0	95,0
Trihidrato de acetato de Na	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0	5,0
Ej. 1	5,0	-	-	-	-	-
Ej. 2	-	5,0	-	-	-	-
Ej. 3	-	-	5,0	-	-	-
Ej. 4	-	-	-	5,0	-	-
Ej. 5	-	-	-	-	5,0	-
Total	100	100	100	100	100	100

40 Se prepararon partes de 40 g de cada composición en forma de pastillas cilíndricas de 44,7 mm de diámetro y 19-20 mm de altura usando una máquina de formación de pastillas de Laboratorio Graseby Specac.

La presión de compactación usada para cada pastilla se ajustó de forma que las pastillas fueran todas compactadas a la misma tensión de fractura diametral de 30 kPa.

45 La resistencia de las pastillas, en su estado seco preparado en la prensa, se determinó como su tensión de fractura diametral DFS mediante el método detallado en la descripción de la invención anterior.

50 La velocidad de disgregación de las pastillas se midió bajo condiciones estáticas. Se colocó una pastilla previamente pesada sobre una rejilla metálica con aberturas de 1 x 1 cm y la pastilla y la rejilla se sumergieron en agua corriente con 15° de dureza francesa a 20°C de forma que estuvieran 2 cm de agua por encima de la parte superior de la pastilla sumergida. Después de 60 segundos la rejilla metálica es cuidadosamente extraída del agua y se pesa el residuo de pastilla humedad. El % de disgregación es el % de pérdida de peso de la pastilla. Si la pastilla se ha disgregado completamente en este tiempo, entonces se registra el tiempo transcurrido para una disgregación de 100%. Los resultados se proporcionan en la Tabla 4 siguiente.

ES 2 320 415 T3

TABLA 4

Resultados de disgregación

5
10
15
20
25
30
35
40
45
50
55
60
65

Ejemplo	% de disgregación después de 60 segundos
Comparativo A	-14%, absorbió agua pero no se disgregó
6A	18%
6B	25%
7A	10%
7B	34%
8A	32%
8B	46%
9A	59%
9B	64%
10A	La pastilla no se comprimó bien
10B	78%

Los resultados anteriores muestran que las partículas disgregantes de la invención proporcionan una buena disgregación de una pastilla detergente dentro de un intervalo de relaciones en peso de materia portadora: materia disgregante en las partículas y cuando los gránulos disgregantes se forman a diferentes presiones de compactación.

ES 2 320 415 T3

REIVINDICACIONES

- 5 1. Una pastilla de una composición limpiadora en forma de partículas compactadas que comprende al menos un ingrediente limpiador que es un tensioactivo orgánico, un mejorador de la detergencia o un blanqueador, en que la pastilla o una zona discreta de la misma comprende partículas favorecedoras de la disgregación expansibles en agua, comprendiendo dichas partículas:
- 10 a) un material de disgregación que es un material celulósico de origen vegetal distinto de madera y que tiene un contenido de lignina de más de 35% en peso y
- b) un material portador que tiene una solubilidad en agua desionizada a 20°C de 1 gramo por litro o menos y que comprende una arcilla.
- 15 2. Una pastilla según la reivindicación 1, en la que el material de disgregación a) comprende un material de envoltura de coco.
- 20 3. Una pastilla según las reivindicaciones 1 ó 2, en la que el material de disgregación a) tiene un tamaño medio ponderal de partículas de 120 micrómetros o menos antes de ser combinado con el material portador b) para formar las partículas favorecedoras de la disgregación expansibles en agua.
4. Una pastilla según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en la que la arcilla es una arcilla esmectita.
- 25 5. Una pastilla según las reivindicaciones 1 a 4, en la que las partículas favorecedoras de la disgregación expansibles en agua comprenden el material de disgregación a) y el material portador b) en una relación en peso de 15:85 a 85:15.
- 30 6. Una pastilla según las reivindicaciones 1 a 5, en la que las partículas favorecedoras de la disgregación expansibles en agua comprenden el material de disgregación a) en una cantidad de 15% a 80% en peso basado en el peso total de las partículas favorecedoras de la disgregación.
- 35 7. Una pastilla según las reivindicaciones 1 a 6, en la que las partículas favorecedoras de la disgregación expansibles en agua comprenden el material portador b) en una cantidad de 20% a 85% en peso basado en el peso total de dichas partículas.
8. Una pastilla según las reivindicaciones 1 a 7, en la que las partículas favorecedoras de la disgregación expansibles en agua comprenden adicionalmente un material aglutinante.
- 40 9. Una pastilla según la reivindicación 8, en la que el material aglutinante está presente en las partículas favorecedoras de la disgregación en una cantidad de 0,1% a 10% en peso basado en el peso total de dichas partículas.
- 45 10. Una pastilla según las reivindicaciones 1 a 9, en la que las partículas favorecedoras de la disgregación expansibles en agua están presentes en la pastilla en una cantidad de 0,5 a 10% en peso basado en el peso total de la pastilla.
- 50 11. Una pastilla según las reivindicaciones 1 a 11, en la que las partículas favorecedoras de la disgregación expansibles en agua tienen un tamaño medio ponderal de partículas en el intervalo de 250 a 1500 micrómetros.
12. Una pastilla según las reivindicaciones 1 a 11, en la que dicha pastilla comprende una pluralidad de zonas discretas, de las que al menos una comprende una concentración mayor de dichas partículas favorecedoras de la disgregación expansibles en agua que otra zona discreta de la pastilla.
- 55 13. Una pastilla según las reivindicaciones 1 a 12, en la que el material portador b) es de color más claro que el material de disgregación a).
- 60 14. Un proceso para preparar una pastilla de composición limpiadora en forma de partículas compactadas o una zona de la misma, que comprende al menos un ingrediente limpiador que es un tensioactivo orgánico, un mejorador de la detergencia o un blanqueador, procedimiento que comprende mezclar las partículas favorecedoras de la disgregación expansibles en agua que comprenden a) un material de disgregación que es un material celulósico de origen vegetal distinto de madera y que tiene un contenido de lignina de más de 35% en peso y b) un material portador que tiene una solubilidad en agua desionizada a 20°C de 1 gramo por litro o menos con otros ingredientes en forma de partículas, para formar una composición limpiadora en forma de partículas y compactar una cantidad de la composición limpiadora en forma de partículas en un molde para formar una pastilla o zona de la misma.
- 65 15. Una pastilla favorecedora de la disgregación expansible en agua, que comprende:
- a) un material de disgregación que es un material celulósico de origen vegetal distinto de madera y que tiene un contenido de lignina de más de 35% en peso y

ES 2 320 415 T3

b) un material portador que tiene una solubilidad en agua desionizada a 20°C de 1 gramo por litro o menos.

16. Un proceso para preparar partículas favorecedoras de la disgregación expansibles en agua, comprendiendo dicho procedimiento las etapas de poner en contacto:

5

a) un material de disgregación que es un material celulósico de origen vegetal distinto de madera y que tiene un contenido de lignina de más de 35% en peso, con

10

b) un material portador que tiene una solubilidad en agua desionizada a 20°C de 1 gramo por litro o menos, para producir una mezcla, y compactar la mezcla para producir las partículas.

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65