



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 284 164**

51 Int. Cl.:
C11D 17/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **96203473 .2**

86 Fecha de presentación : **06.12.1996**

87 Número de publicación de la solicitud: **0846756**

87 Fecha de publicación de la solicitud: **10.06.1998**

54 Título: **Pastilla de detergente recubierta y procedimiento para producir la misma.**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
01.11.2007

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
01.11.2007

73 Titular/es: **THE PROCTER & GAMBLE COMPANY**
One Procter & Gamble Plaza
Cincinnati, Ohio 45202, US

72 Inventor/es: **Salager, Serge;**
Van Dijk, Paul Irma Albertus y
Van Poucke, Jeroen

74 Agente: **Elzaburu Márquez, Alberto**

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).

DESCRIPCIÓN

Pastilla de detergente recubierta y procedimiento para producir la misma.

5 La presente invención se refiere a pastillas de detergente recubiertas, especialmente las pastillas adaptadas para su uso en lavadoras, y a procesos para elaborar las pastillas de detergente recubiertas.

10 Aunque a menudo se han propuesto composiciones limpiadoras en forma de pastilla, éstas todavía no han alcanzado un éxito importante (salvo las pastillas de jabón para el aseo personal) a pesar de las diferentes ventajas que presentan los productos en una forma de dispensación unitaria. Una de las razones de esto puede ser que las pastillas de detergente precisan un proceso de fabricación relativamente complejo. En particular, a menudo es deseable proporcionar a la pastilla un recubrimiento y esto añade dificultades a la fabricación.

15 Aunque las pastillas sin recubrimiento son plenamente efectivas en su uso, normalmente carecen de la dureza superficial necesaria para soportar la abrasión que forma parte de la elaboración, envasado y manipulación normales. El resultado es que las pastillas no recubiertas sufren abrasión durante estos procesos, dando lugar a pastillas desconchadas y pérdida de material activo.

20 Finalmente, a menudo es deseable recubrir las pastillas por razones estéticas, para mejorar el aspecto exterior de la pastilla o para conseguir algún efecto estético particular.

Se han propuesto numerosos métodos para recubrir pastillas y muchos de ellos han sido sugeridos para pastillas de detergentes. Sin embargo, todos estos métodos tienen algunas desventajas, como se explicará a continuación.

25 La patente GB-A-0 989 683, publicada el 22 de abril de 1965, describe un proceso para preparar un detergente en forma de partículas a partir de tensioactivos y sales inorgánicas, pulverizar un silicato soluble en agua y comprimir las partículas de detergente en una pastilla sólida que conserva la forma. Finalmente, un polímero filmógeno orgánico soluble en agua (por ejemplo, poli(alcohol vinílico)) proporciona un recubrimiento para hacer que la pastilla de detergente sea resistente a la abrasión y a la rotura accidental.

30 La patente EP-A-0 002 293, publicada el 13 de junio de 1979, describe un recubrimiento de pastillas que comprende sal hidratada tal como acetato, metaborato, ortofosfato, tartrato y sulfato.

35 La patente EP-A-0 716 144, publicada el 12 de junio de 1996, también describe pastillas de detergente para el lavado de ropa con recubrimientos solubles en agua que pueden ser polímeros orgánicos que incluyen copolímero acrílico/maleico, polietilenglicol, PVPVA y azúcar.

40 El documento WO9518215, publicado el 6 de julio de 1995, proporciona recubrimientos solubles en agua para pastillas coladas sólidas. Las pastillas se proporcionan con recubrimientos hidrófobos que incluyen cera, ácido graso, amidas de ácido graso y polietilenglicol.

Una desventaja de las descripciones del estado de la técnica es que un recubrimiento que es lo suficientemente grueso y duro para resistir la abrasión, también tiende a fraccionarse o disolverse con lentitud durante el uso.

45 La presente invención proporciona un medio mediante el cual se puede proporcionar un recubrimiento duro y fino a pastillas con un núcleo conformado por compresión de un material en forma de partículas, comprendiendo el material en forma de partículas tensioactivo y aditivo reforzante de la detergencia, de manera que puedan ser almacenadas, transportadas y manipuladas, pero que el recubrimiento se rompa cuando la pastilla está en la lavadora, exponiendo el núcleo blando que se rompe fácil y rápidamente y liberando los ingredientes activos en la solución de lavado.

50 El objetivo de la presente invención es proporcionar una pastilla que se disgregue y disperse completamente, en particular en soluciones alcalinas o con un elevado contenido de tensioactivo como las soluciones de lavado.

Sumario de la invención

55 El objeto de la presente invención se consigue proporcionando una pastilla que comprende un núcleo y un recubrimiento, conformándose el núcleo por compresión de un material en forma de partículas, comprendiendo el material en forma de partículas tensioactivo y aditivo reforzante de la detergencia, caracterizado porque el material de recubrimiento tiene una solubilidad en agua a 25°C de menos de 20 g/l y se selecciona de ácidos dicarboxílicos C₂-C₁₃ y el recubrimiento comprende un disgregante que se hinchará al ponerse en contacto con agua a un nivel tal que se rompa el recubrimiento en hasta un 30% en peso del recubrimiento. Se prefiere que la pastilla comprenda además un agente efervescente, por ejemplo, una fuente de ácido soluble y un carbonato de metal alcalino.

65 En un aspecto adicional de la invención se proporciona un proceso para elaborar una pastilla que comprende las etapas de:

- (a) conformar un núcleo comprimiendo un material en forma de partículas, comprendiendo el material en forma de partículas tensioactivo y aditivo reforzante de la detergencia;

(b) aplicar un material de recubrimiento al núcleo, estando el material de recubrimiento en forma de masa fundida;

(c) dejar que el material de recubrimiento fundido se solidifique; caracterizado por que el material de recubrimiento comprende un disgregante, el cual se hinchará en contacto con agua a un nivel tal que se rompa el recubrimiento hasta un 30% en peso, y en donde el material de recubrimiento tiene una solubilidad en agua a 25°C de menos de 20 g/l y se selecciona de ácidos dicarboxílicos C₂-C₁₃.

Preferiblemente, los materiales de recubrimiento tienen un punto de fusión en el intervalo de 40°C a 200°C.

Descripción detallada de la invención

Las pastillas que se van a recubrir de la presente invención se pueden preparar mezclando simplemente los ingredientes sólidos entre sí y comprimiendo la mezcla en una prensa de pastillas convencional como las que se usan, por ejemplo, en la industria farmacéutica. A los ingredientes sólidos en forma de partículas se puede añadir cualquier ingrediente líquido, por ejemplo, el tensioactivo o el supresor de las jabonaduras, de manera convencional. Preferiblemente, los ingredientes principales se utilizan en forma de partículas.

En el caso particular de las pastillas para lavado de ropa, los ingredientes como el aditivo reforzante de la detergencia y el tensioactivo se pueden secar por pulverización de forma convencional y compactar a continuación a una presión adecuada.

Según la presente invención, las pastillas de detergente se pueden preparar en cualquier tamaño o forma y, si se desea, se pueden tratar superficialmente antes de aplicar el recubrimiento. El núcleo de la pastilla incluye un tensioactivo y aditivo reforzante de la detergencia que habitualmente proporciona una parte importante de la capacidad limpiadora de la pastilla. Con el término “aditivo reforzante del detergente” se pretende incluir a todos los productos que tienen tendencia a eliminar el ion calcio de la solución por intercambio iónico, formación de complejos, secuestro o precipitación.

El material en forma de partículas utilizado para la producción de la pastilla de esta invención se puede preparar mediante cualquier procedimiento de particulación o granulación. Un ejemplo de un proceso de este tipo es el secado por pulverización (en una torre de secado por pulverización a corriente o contracorriente) que, de forma típica, da lugar a valores bajos de densidad aparente de 600 g/l o inferiores. Los materiales en forma de partículas de mayor densidad se pueden preparar por granulación y densificación en un mezclador/granulador discontinuo de elevada cizalla o mediante procedimientos de granulación y densificación continuos (por ejemplo, con mezcladores Lodige® CB y/o Lodige® KM). Otros procedimientos adecuados incluyen los procedimientos en lecho fluido y los procesos de compactación (por ejemplo, compactación con rodillo), extrusión así como cualquier material en forma de partículas preparado mediante cualquier proceso químico como floculación o sinterización por cristalización. Las partículas individuales también pueden ser cualquier otro tipo de partículas, gránulos, esferas o granos.

Los materiales en forma de partículas se pueden mezclar entre sí mediante cualquier medio convencional. El proceso de mezclado discontinuo puede realizarse de forma adecuada, por ejemplo, con una mezcladora horizontal, un mezclador Nauta, un mezclador de cinta o cualquier otro mezclador. De forma alternativa el proceso de mezclado se puede realizar de forma continua dosificando en peso y dispensando cada componente sobre una cinta en movimiento y mezclando los componentes en uno o más tambores o mezcladores. Se puede realizar una pulverización líquida sobre la mezcla de materiales en forma de partículas (por ejemplo, tensioactivos no iónicos). También pueden pulverizarse otros ingredientes líquidos sobre la mezcla de materiales en forma de partículas, bien por separado o mezclados previamente. Por ejemplo, se pueden pulverizar perfume y suspensiones acuosas de abrillantadores ópticos. Después de pulverizar el tensioactivo no iónico, se puede añadir a los materiales en forma de partícula un fluidificante finamente dividido (agente espolvoreante, como zeolitas, carbonatos, sílices), preferiblemente hacia el final del proceso, con el fin de que la mezcla sea menos pegajosa.

Las pastillas se pueden fabricar utilizando cualquier proceso de compactación como compresión, briqueteado o extrusión, preferiblemente compresión. Los equipos adecuados incluyen una prensa de un émbolo estándar o una prensa rotatoria (como Courtoy®, Korch®, Manesty® o Bonals®). Las pastillas preparadas según esta invención tienen preferiblemente un diámetro de entre 40 mm y 50 mm, y un peso de entre 25 y 60 g. La presión de compactación utilizada para preparar estas pastillas no debe exceder 5 MPa (5000 kN/m²), preferiblemente no debe exceder 3 MPa (3000 kN/m²), y con máxima preferencia no debe exceder 1 MPa (1000 kN/m²).

Según la presente invención, las pastillas pueden recubrirse con un recubrimiento de tal manera que la pastilla no absorba humedad, o absorba humedad únicamente a una velocidad muy reducida. El recubrimiento también es lo suficientemente resistente como para que los choques mecánicos moderados a los que se ven sometidos las pastillas durante la manipulación, el acondicionamiento y el transporte sólo produzcan niveles muy bajos de rotura o desgaste. Por último, el recubrimiento es preferiblemente quebradizo de modo que la pastilla se rompa cuando es sometida a choques mecánicos más fuertes. Asimismo, resulta ventajoso que el material de recubrimiento se disuelva en condiciones alcalinas o que sea fácilmente emulsionado por los tensioactivos. Esto impide la deposición de partículas o grumos de material de recubrimiento sin disolver en la carga de lavado de ropa. Esto puede ser importante cuando el material de recubrimiento es completamente insoluble (por ejemplo, menos de 1 g/l) en agua.

ES 2 284 164 T3

Según se define en la presente memoria, “prácticamente insoluble” significa que tiene una solubilidad en agua muy baja. Esto se debe entender como que tiene una solubilidad en agua a 25°C de menos de 20 g/l, preferiblemente menos de 5 g/l, y más preferiblemente menos de 1 g/l. La hidrosolubilidad se mide mediante el protocolo de prueba ASTM E1148-87 titulado “Método de ensayo estándar para la determinación de la hidrosolubilidad”.

Los materiales de recubrimiento son ácidos dicarboxílicos C2-C13. Los ácidos dicarboxílicos preferidos son ácido oxálico (C2), ácido malónico (C3), ácido succínico (C4), ácido glutárico (C5), ácido adípico (C6), ácido pimélico (C7), ácido subérico (C8), ácido azelaico (C9), ácido sebáico (C10), ácido undecanodioico (C11), ácido dodecanodioico (C12) y ácido tridecanodioico (C13).

Sin embargo, las pastillas de detergente se preparan e, independientemente de la forma en que estén, se recubren a continuación según la presente invención con un material de recubrimiento que tiene un punto de fusión preferiblemente de 40°C a 200°C.

El recubrimiento se aplica recubriendo con un material fundido. El material de recubrimiento se aplica a una temperatura por encima de su punto de fusión y se solidifica en la pastilla. El material de recubrimiento se puede aplicar a la pastilla mediante, por ejemplo, pulverización o inmersión. Normalmente, cuando el material fundido se pulveriza sobre la pastilla, éste solidifica rápidamente formando un recubrimiento uniforme. Cuando las pastillas son sumergidas en el material fundido y a continuación extraídas, el rápido enfriamiento vuelve a provocar una rápida solidificación del material de recubrimiento. Evidentemente, los materiales prácticamente insolubles que tienen un punto de fusión inferior a 40°C no son suficientemente sólidos a temperatura ambiente y se ha descubierto que los materiales que tienen un punto de fusión superior a aproximadamente 200°C no pueden ser utilizados. Preferiblemente, los materiales se funden en el intervalo de temperatura de 60°C a 160°C, más preferiblemente de 70°C a 120°C.

Por “punto de fusión” se entiende la temperatura a la cual el material cuando se calienta lentamente, por ejemplo en un tubo capilar, se convierte en un líquido transparente.

Según la presente invención se puede aplicar un recubrimiento con cualquier espesor deseado. Para la mayoría de los fines, el recubrimiento representa de 1% a 10%, preferiblemente de 1,5% a 5%, del peso de la pastilla.

Los recubrimientos de la pastilla de la presente invención son muy duros y proporcionan una resistencia adicional a la pastilla.

En la presente invención la fractura del recubrimiento en el lavado se mejora añadiendo un disgregante al recubrimiento. Este disgregante se hinchará al entrar en contacto con el agua y romperá el recubrimiento en pequeños trozos. Esto favorecerá la disolución del recubrimiento en la solución de lavado. El disgregante se suspende en la masa fundida de recubrimiento a un nivel de hasta 30%, preferiblemente de 5% a 20% y con máxima preferencia de 5% a 10%, en peso.

En el Handbook of Pharmaceutical Excipients (1986) se describen posibles disgregantes. Ejemplos de disgregantes adecuados incluyen almidones (almidón natural, modificado o pregelatinizado, gluconato sódico de almidón), gomas (goma agar, goma guar, goma garrofín, goma karaya, goma pectina, goma tragacanto), croscarmelosa sódica, crospovidona, celulosa, carboximetilcelulosa, ácido alginico y sus sales, como alginato de sodio, dióxido de silicona, arcilla, polivinilpirrolidona, polisacáridos de soja, resinas de intercambio iónico y mezclas de los mismos.

Dependiendo de la composición del material de partida y de la forma de las pastillas, se ajustará la fuerza de compactación utilizada para que no afecte a la resistencia (tensión de fractura diametral) ni al tiempo de disgregación en la lavadora. Este procedimiento se puede utilizar para preparar pastillas homogéneas o laminares de cualquier tamaño y forma.

La tensión de fractura diametral (DFS) es una forma de expresar la resistencia de una pastilla y se determina mediante la siguiente ecuación:

$$= \frac{2 F}{\mu D t}$$

donde F es la fuerza máxima (newtons) que produce el fallo de tracción (fractura) medida en un analizador de la dureza de comprimidos VK 200 de Van Kell industries, Inc. D es el diámetro de la pastilla y t es el espesor de la pastilla. (Method Pharmaceutical Dosage Forms: Tablets, vol. 2, págs. 213 a 217.)

La velocidad de disgregación de una pastilla de detergente se puede determinar de dos maneras:

a) En un analizador de la friabilidad “VAN KEL” con tambores “tipo Vankel”.

- Colocar 2 pastillas con un peso y una tensión DFS conocidos en el tambor del analizador.
- Hacer girar el tambor 20 rotaciones.

ES 2 284 164 T3

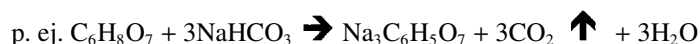
- Recoger todo el producto y los restos de pastilla del tambor y pasar a través de un tamiz de 5 mm y de 1,7 mm
- Expresar como % de residuo de un tamiz de 5 mm y de 1,7 mm.
- Cuanto mayor sea el % del producto que pasa a través del tamiz de 1,7 mm, mejor será la disgregación.

b) En una lavadora según el siguiente procedimiento

- Coger dos pastillas con un peso y una tensión de fractura conocidos y colocar las pastillas en el fondo de una lavadora de ropa (por ejemplo, Bauknecht WA 950).
- Colocar una carga mixta de 3 kg sobre las pastillas.
- Ejecutar un ciclo corto (programa 4) a 30°C con agua urbana.
- Detener el ciclo transcurridos 5 minutos y comprobar si en la carga de lavado existen trozos de pastilla sin disolver. Recoger y pesar los restos de pastillas y anotar el porcentaje de residuos restante.

En otra realización preferida de la presente invención las pastillas contienen además un agente efervescente.

La efervescencia, según se define en la presente memoria, indica el desprendimiento de burbujas de gas en un líquido como resultado de una reacción química entre una fuente de ácido soluble y un carbonato de metal alcalino, con producción de dióxido de carbono gaseoso,



Otros ejemplos de fuentes de ácido y carbonato y otros sistemas efervescentes se pueden encontrar en: (Pharmaceutical Dosage Forms: Tablets, vol. 1, págs. 287-291)

Además de los componentes detergentes, a la mezcla de la pastilla se puede añadir un efervescente. La adición de este agente efervescente a la pastilla de detergente mejora el tiempo de disgregación de la pastilla. La cantidad será preferiblemente de 5% a 20% y con máxima preferencia de 10% a 20% en peso de la pastilla. Preferiblemente el agente efervescente debería añadirse en forma de aglomerado de las diferentes partículas o como un material compacto y no en forma de partículas separadas.

Debido al gas producido por la efervescencia en la pastilla, la pastilla puede tener una DFS superior y seguir presentando el mismo tiempo de disgregación que una pastilla sin efervescencia. Cuando la DFS de la pastilla con efervescencia se mantiene igual que la de una pastilla sin efervescencia, la disgregación de la pastilla con efervescencia será más rápida.

Tensioactivos deterisivos

Ejemplos no limitativos de tensioactivos útiles en la presente invención de forma típica a niveles de aproximadamente 1% a aproximadamente 55% en peso incluyen los alquilbencenosulfonatos $\text{C}_{11}\text{-C}_{18}$ convencionales ("LAS") y los alquilsulfatos ("AS") $\text{C}_{10}\text{-C}_{20}$ primarios de cadena ramificada y aleatoria, los alquilsulfatos $\text{C}_{10}\text{-C}_{18}$ secundarios (2,3) de fórmula $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_x(\text{CHOSO}_3\text{-M}^+) \text{CH}_3$ y $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_y(\text{CHOSO}_3\text{-M}^+) \text{CH}_2\text{CH}_3$ en donde x e $(y + 1)$ son números enteros de al menos aproximadamente 7, preferiblemente al menos aproximadamente 9, y M es un catión soluble en agua, especialmente sodio, sulfatos insaturados como el oleil sulfato, los alquilalcoxisulfatos $\text{C}_{10}\text{-C}_{18}$ ("AE_SS"; especialmente los etoxisulfatos EO 1-7), alquilalcoxicarboxilatos $\text{C}_{10}\text{-C}_{18}$ (especialmente los etoxicarboxilatos EO 1-5), los éteres de glicerol $\text{C}_{10}\text{-C}_{18}$, los alquilpoliglucósidos $\text{C}_{10}\text{-C}_{18}$ y sus correspondientes poliglucósidos sulfatados y los ésteres de ácido graso alfa-sulfonados $\text{C}_{12}\text{-C}_{18}$. Si se desea, también pueden incluirse en las composiciones generales los tensioactivos no iónicos y anfóteros convencionales tales como los alquil $\text{C}_{12}\text{-C}_{18}$ etoxilatos ("AE") incluidos los denominados alquil etoxilatos de pico estrecho, y los alquil $\text{C}_6\text{-C}_{12}$ fenol alcoxilatos (especialmente los etoxilatos y los etoxi/propoxi mixtos), las betaínas y sulfobetaínas ("sultaínas") $\text{C}_{12}\text{-C}_{18}$, los óxidos de amina $\text{C}_{10}\text{-C}_{18}$, y similares. También se pueden utilizar las N-alquil polihidroxiamidas $\text{C}_{10}\text{-C}_{18}$ de ácidos grasos. Los ejemplos típicos incluyen las N-metil glucamidas $\text{C}_{12}\text{-C}_{18}$. Véase el documento WO 9.206.154. Otros tensioactivos derivados de azúcar incluyen las N-alcoxi polihidroxiamidas de ácido graso, tales como la $\text{C}_{10}\text{-C}_{18}$ N-(3-metoxipropil) glucamida. Pueden utilizarse las glucamidas de N-propil a N-hexil $\text{C}_{12}\text{-C}_{18}$ para conseguir una baja formación de jabonaduras. También pueden utilizarse jabones convencionales $\text{C}_{10}\text{-C}_{20}$. Si se desea una alta formación de jabonaduras, pueden utilizarse los jabones de cadena ramificada $\text{C}_{10}\text{-C}_{16}$. Resultan especialmente útiles las mezclas de tensioactivos aniónicos y no iónicos. Otros tensioactivos convencionales útiles se describen en los textos estándar.

Aditivos reforzantes de la detergencia

A las composiciones de la presente invención se pueden añadir aditivos reforzantes de la detergencia para facilitar el control de la dureza mineral. Pueden usarse aditivos reforzantes de la detergencia inorgánicos y también orgánicos.

ES 2 284 164 T3

Los aditivos reforzantes de la detergencia se usan de forma típica en las composiciones para lavado de ropa para ayudar a eliminar las manchas en forma de partículas.

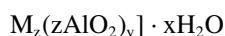
La cantidad de aditivo reforzante de la detergencia puede variar ampliamente dependiendo del uso final de la composición.

Los aditivos reforzantes de la detergencia inorgánicos o que contienen P incluyen, aunque no de forma limitativa, las sales de metales alcalinos, amonio y alcanolamonio de polifosfatos (ilustrados por los tripolifosfatos, pirofosfatos y metafosfatos poliméricos vítreos), fosfonatos, ácido fítico, silicatos, carbonatos (incluidos bicarbonatos y sesquicarbonatos), sulfatos y aluminosilicatos. Sin embargo, en ciertos casos se requieren aditivos reforzantes de la detergencia sin fosfato. Cabe destacar que las presentes composiciones actúan sorprendentemente bien incluso en presencia de los llamados aditivos reforzantes de la detergencia “débiles” (en comparación con los fosfatos), tales como el citrato, o en la llamada situación “de infraestructura” que puede presentarse cuando se utilizan aditivos reforzantes de la detergencia de zeolita o de silicato laminar.

Son ejemplos de aditivos reforzantes de la detergencia los silicatos de metal alcalino, especialmente aquellos que tienen una relación $\text{SiO}_2:\text{Na}_2\text{O}$ en el intervalo de 1,6:1 a 3,2:1, y los silicatos laminares como, por ejemplo, los silicatos laminares de sodio descritos en US-4.664.839, concedida el 12 de mayo de 1987 a H. P. Rieck. NaSKS-6 es la marca registrada de un silicato laminar cristalino comercializado por Hoechst (en adelante abreviado como “SKS-6”). A diferencia de los aditivos reforzantes de la detergencia de tipo zeolita, el aditivo reforzante de la detergencia de tipo silicato Na SKS-6 no contiene aluminio. El NaSKS-6 presenta la morfología delta- Na_2SiO_5 de silicato laminar. Éste se puede preparar mediante métodos tales como los descritos en DE-A-3.417.649 y DE-A-3.742.043. El SKS-6 es un silicato laminar muy preferido, aunque también lo son otros silicatos laminares, como los que tienen la fórmula general $\text{NaMSi}_x\text{O}_{2x+1}\cdot y\text{H}_2\text{O}$, en donde M es sodio o hidrógeno, x es un número de 1,9 a 4, preferiblemente 2, e y es un número de 0 a 20, preferiblemente 0. Otros silicatos laminares de Hoechst incluyen NaSKS-5, NaSKS-7 y NaSKS-11, como las formas alfa, beta y gamma. Como se indicó anteriormente, la forma delta- Na_2SiO_5 (NaSKS-6) es la más preferida para su uso en la presente invención. Otros silicatos pueden ser también útiles como, por ejemplo, el silicato magnésico, que puede servir como agente potenciador de la friabilidad en las formulaciones granuladas, como agente estabilizador para blanqueadores liberadores de oxígeno y como componente de los sistemas reguladores de las jabonaduras.

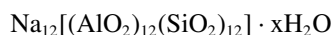
Son ejemplos de agentes reforzantes de la detergencia de tipo carbonato los carbonatos de metales alcalinotérreos y los carbonatos de metales alcalinos descritos en la solicitud de patente DE-2.321.001, publicada el 15 de noviembre de 1.973.

Los aditivos reforzantes de tipo aluminosilicato son útiles en la presente invención. Los aditivos reforzantes de la detergencia de tipo aluminosilicato son de gran importancia en la mayoría de las composiciones detergentes granuladas de limpieza intensiva actualmente comercializadas y pueden ser también un aditivo reforzante de la detergencia significativo para las formulaciones detergentes líquidas. Los aditivos reforzantes de la detergencia de tipo aluminosilicato incluyen los que tienen la fórmula empírica:



en donde z e y son números enteros de al menos 6, la relación molar entre z e y está en el intervalo de 1,0 a aproximadamente 0,5 y x es un número entero de aproximadamente 15 a aproximadamente 264.

Materiales intercambiadores de iones aluminosilicato útiles se encuentran en el mercado. Estos aluminosilicatos pueden tener una estructura cristalina o amorfa y pueden ser aluminosilicatos naturales o sintéticos. Un método para producir materiales intercambiadores de iones de aluminosilicato se describe en US-3.985.669, concedida a Krummel y col. el 12 de octubre de 1976. Los materiales intercambiadores de iones aluminosilicato cristalinos preferidos útiles en la presente memoria son los comercializados como Zeolita A, Zeolita P (B), Zeolita MAP y Zeolita X. En una realización especialmente preferida, el material intercambiador de iones aluminosilicato cristalino tiene la fórmula:



en donde x es de aproximadamente 20 a aproximadamente 30, especialmente aproximadamente 27. Este material es conocido como Zeolita A. También pueden utilizarse en la presente invención zeolitas deshidratadas ($x = 0 - 10$). Preferiblemente, el aluminosilicato tiene un tamaño de partículas de aproximadamente 0,1 a 10 micrómetros de diámetro.

Los aditivos reforzantes de la detergencia orgánicos adecuados para los fines de la presente invención incluyen, aunque no de forma limitativa, una extensa variedad de compuestos de policarboxilato. En la presente memoria el término “policarboxilato” se refiere a compuestos que tienen una pluralidad de grupos carboxilato, preferiblemente al menos 3 carboxilatos. El aditivo reforzante de la detergencia de tipo policarboxilato puede ser generalmente añadido a la composición en forma ácida, aunque también puede ser añadido en forma de sal neutralizada. Cuando se utiliza en forma de sal, se prefieren sales de metales alcalinos, tales como sodio, potasio y litio, o de alcanolamonio.

Entre los aditivos reforzantes de la detergencia de tipo policarboxilato se incluyen diferentes categorías de materiales útiles. Una categoría importante de aditivos reforzantes de la detergencia de tipo policarboxilato abarca los éter policarboxilatos, incluyendo oxidisuccinato, según se describe en US-3.128.287, concedida a Berg el 7 de abril de 1964, y en US-3.635.830, concedida a Lamberti y col. el 18 de enero de 1972. Véanse también los aditivos reforzantes de la detergencia de tipo "TMS/TDS" de US-4.663.071, concedida a Bush y col. el 5 de mayo de 1987. Los éter policarboxilatos adecuados también incluyen compuestos cíclicos, especialmente los compuestos alicíclicos tales como los descritos en US-3.923.679; US-3.835.163; US-4.158.635; US-4.120.874 y US-4.102.903.

Otros aditivos útiles son los éter-hidroxipolicarboxilatos, los copolímeros del anhídrido maleico con etileno o vinilmetiléter, el ácido 1,3,5-trihidroxibenceno-2,4,6-trisulfónico y el ácido carboximetiloxisuccínico, las diversas sales de metales alcalinos, amonio y amonio sustituido de ácidos poliacéticos tales como el ácido etilendiaminotetraacético y el ácido nitrilotriacético, así como los policarboxilatos tales como el ácido melítico, el ácido succínico, el ácido oxidisuccínico, el ácido polimaleico, el ácido benceno-1,3,5-tricarboxílico, el ácido carboximetiloxisuccínico y sales solubles de los mismos.

Los aditivos de citrato, por ejemplo, el ácido cítrico y las sales solubles del mismo (especialmente la sal sódica), son aditivos reforzantes de la detergencia de tipo policarboxilato de particular importancia para las formulaciones detergentes líquidas de limpieza intensiva por su disponibilidad a partir de recursos renovables y su biodegradabilidad. Pueden usarse también citratos en las composiciones granuladas, especialmente junto con aditivos reforzantes de la detergencia de tipo zeolita y/o silicato laminar. Los oxidisuccinatos son también especialmente útiles en este tipo de composiciones y combinaciones.

También son adecuados en las composiciones detergentes de la presente invención los 3,3-dicarboxi-4-oxa-1,6-hexanodioatos y los compuestos relacionados descritos en US-4.566.984, concedida a Bush el 28 de enero de 1986. Los aditivos reforzantes de la detergencia de tipo ácido succínico útiles incluyen los ácidos alquil y alquenil C₅-C₂₀ succínico y las sales de los mismos. Un compuesto particularmente preferido de este tipo es el ácido dodecenilsuccínico. Ejemplos específicos de aditivos reforzantes de la detergencia de tipo succinato incluyen: laurilsuccinato, miristilsuccinato, palmitilsuccinato, 2-dodecenilsuccinato (preferido), 2-pentadecenilsuccinato y similares. Los laurilsuccinatos son los aditivos reforzantes de la detergencia preferidos de este grupo y se describen en la solicitud EP-6200690,5/0.200.263, publicada el 5 de noviembre de 1986.

En US-4.144.226, concedida a Crutchfield y col. el 13 de marzo de 1.979, y en US-3.308.067, concedida a Diehl el 7 de marzo de 1.967, se describen otros policarboxilatos adecuados. Véase también US-3.723.322, concedida a Diehl.

También pueden incorporarse a las composiciones ácidos grasos, por ejemplo, ácidos monocarboxílicos C₁₂-C₁₈, solos o junto con los susodichos aditivos reforzantes de la detergencia, especialmente citrato, y/o los aditivos reforzantes de tipo succinato para obtener una actividad reforzante adicional. Dicho uso de ácidos grasos producirá generalmente una disminución de las jabonaduras, lo que deberá tener en cuenta el formulador.

Cuando puedan utilizarse aditivos basados en fósforo, y especialmente en la formulación de pastillas para lavado a mano de la colada, pueden utilizarse los diversos fosfatos de metales alcalinos, tales como los bien conocidos tripoli-fosfatos sódicos, pirofosfato sódico y ortofosfato sódico. Pueden usarse también aditivos reforzantes de la detergencia de tipo fosfonato, tales como el etano-1-hidroxi-1,1-difosfonato y otros fosfonatos conocidos (véanse, por ejemplo, US-3.159.581, US-3.213.030, US-3.422.021, US-3.400.148 y US-3.422.137).

Blanqueador

Las composiciones detergentes en la presente invención pueden contener opcionalmente agentes blanqueantes o composiciones blanqueadoras que contienen un agente blanqueante y uno o más activadores del blanqueador. Cuando estén presentes, los agentes blanqueantes estarán de forma típica a niveles de aproximadamente 1% a aproximadamente 30%, de forma más típica de aproximadamente 5% a aproximadamente 20%, de la composición detergente, especialmente para el lavado de tejidos. Si están presentes activadores del blanqueador, su cantidad será de forma típica de aproximadamente 0,1% a aproximadamente 60%, de forma más típica de aproximadamente 0,5% a aproximadamente 40%, de la composición blanqueadora que comprende el agente blanqueante más el activador del blanqueador.

Los agentes blanqueantes en la presente invención utilizados pueden ser cualquiera de los agentes blanqueantes útiles para composiciones detergentes para la limpieza de tejidos, la limpieza de superficies rígidas u otros fines de limpieza que sean ya conocidos o se conviertan en conocidos. Estos pueden ser blanqueadores liberadores de oxígeno u otros agentes blanqueantes. En la presente invención pueden utilizarse blanqueadores de tipo perborato como, por ejemplo, perborato de sodio (por ejemplo, monohidratado o tetra hidratado).

Otra categoría de agente blanqueante que puede usarse sin restricción son los agentes blanqueantes de ácido percarboxílico y sales de los mismos. Entre los ejemplos adecuados de esta clase de agentes se encuentra el monoperoxifitalato magnésico hexahidratado, la sal magnésica del ácido metacloroperbenzoico, el ácido 4-nonilamino-4-oxoperoxibutírico y el ácido diperoxidodecanodioico. Dichos agentes blanqueantes se describen en US-4.483.781, concedida a Hartman el 20 de noviembre de 1984, US-740.446, concedida a Burns y col. y presentada el 3 de junio de 1985, EP-0.133.354, concedida a Banks y col. y publicada el 20 de febrero de 1985, y US-4.412.934, concedida a Chung y col. el 1 de noviembre de 1983. Los agentes blanqueantes muy preferidos también incluyen el ácido 6-nonilamino-6-oxoperoxicaproico como se describe en US-4.634.551, concedida el 6 de enero de 1987 a Burns y col.

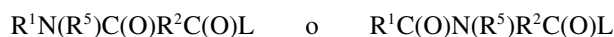
También pueden utilizarse blanqueadores peroxigenados. Entre los compuestos blanqueadores peroxigenados adecuados se encuentran el carbonato sódico peroxihidratado y blanqueadores de tipo "percarbonato" equivalente, el pirofosfato de sodio peroxihidratado, la urea peroxihidratada y el peróxido de sodio. Puede usarse también un blanqueador de tipo persulfato (por ejemplo, OXONE, comercializado por DuPont).

Un blanqueador preferido de tipo percarbonato comprende partículas secas con un tamaño medio de partícula comprendido entre 500 micrómetros y 1.000 micrómetros; como máximo aproximadamente el 10% en peso de dichas partículas son menores de 200 micrómetros y como máximo aproximadamente el 10% en peso de dichas partículas son mayores de 1.250 micrómetros. Opcionalmente, el percarbonato puede recubrirse con silicato, borato o agentes tensioactivos solubles en agua. El percarbonato es comercializado por diversas empresas tales como FMC, Solvay o Tokai Denka.

Pueden usarse también mezclas de agentes blanqueantes.

Los blanqueadores peroxigenados, los perboratos, los percarbonatos, etc. se combinan preferiblemente con activadores del blanqueador, los cuales dan lugar a la producción *in situ* del peroxiácido correspondiente al activador del blanqueador en disolución acuosa (es decir, durante el proceso de lavado). Varios ejemplos no limitativos de activadores se describen en US-4.915.854, concedida a Mao y col. el 10 de abril de 1990, y US-4.412.934. Los activadores nonanoiloxibenceno sulfonato (NOBS) y tetraacetil etilendiamina (TAED) son típicos, y también se pueden usar mezclas de los mismos. Véase también la US-4.634.551 para otros blanqueadores y activadores típicos útiles en la presente invención.

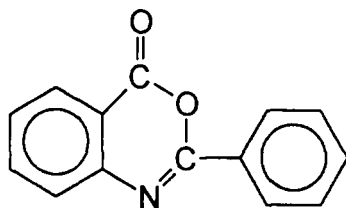
Activadores del blanqueador amidoderivados muy preferidos son los de las fórmulas siguientes:



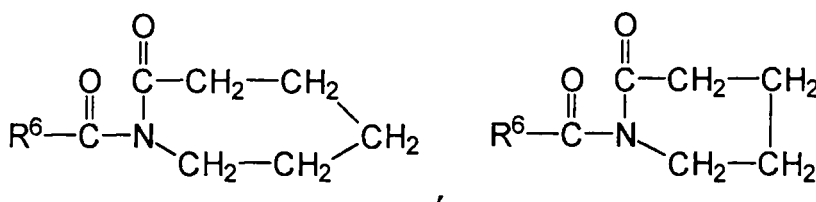
en donde R^1 es un grupo alquilo que contiene de aproximadamente 6 a aproximadamente 12 átomos de carbono, R^2 es un alquileo que contiene de 1 a aproximadamente 6 átomos de carbono, R^5 es H o alquilo, arilo o alcarilo que contienen de aproximadamente 1 a aproximadamente 10 átomos de carbono y L es cualquier grupo saliente adecuado. Un grupo saliente es cualquier grupo que es desplazado del activador del blanqueador como consecuencia del ataque nucleófilo del anión de perhidrólisis sobre el activador del blanqueador. Un grupo saliente preferido es el fenilsulfonato.

Los ejemplos preferidos de activadores del blanqueador de las fórmulas anteriores incluyen (6-octanamido-caproil)oxibencenosulfonato, (6-nonanamido-caproil)oxibencenosulfonato, (6-decanamido-caproil)oxibencenosulfonato y mezclas de los mismos, como se describe en la US-4.634.551., incorporada como referencia en la presente memoria.

Otra clase de activadores del blanqueador comprende los activadores de tipo benzoxazina descritos por Hodge y col. en la US-4.966.723, concedida el 30 de octubre de 1990, e incorporada como referencia en la presente memoria. Un activador muy preferido del tipo benzoxazina es:



Otra clase más de activadores del blanqueador preferidos son los activadores de tipo acil lactama, especialmente las acilcaprolactamas y las acilvalerolactamas de las fórmulas:



en donde R^6 es H o un grupo alquilo, arilo, alcoxiarilo o alcarilo que contiene de 1 a aproximadamente 12 átomos de carbono. Los activadores lactámicos muy preferidos incluyen benzoil caprolactama, octanoil caprolactama, 3,5,5-trimetilhexanoil caprolactama, nonanoil caprolactama, decanoil caprolactama, undecenoil caprolactama, benzoil valerolactama, octanoil valerolactama, decanoil valerolactama, undecenoil valerolactama, nonanoil valerolactama, 3,5,5-

tri-metilhexanoil valerolactama y mezclas de las mismas. Véase también la patente US-4.545.784, concedida a Sanderson el 8 de octubre de 1985, en la que se describen acilcaprolactamas, incluyendo benzoilcaprolactama, adsorbidas en perborato sódico.

- 5 Agentes blanqueantes distintos de los agentes blanqueantes liberadores de oxígeno también son conocidos por la técnica y pueden ser utilizados en la presente invención. Un tipo de agente blanqueante no liberador de oxígeno de especial interés son los agentes blanqueantes fotoactivados tales como las ftalocianinas de cinc y/o aluminio sulfonadas. Véase US-4.033.718, concedida el 5 de julio de 1977 a Holcombe y col. Si se utilizan las composiciones detergentes, estas contendrán de forma típica de aproximadamente 0,025% a aproximadamente 1,25%, en peso, de
10 estos blanqueadores, especialmente de ftalocianuro de cinc sulfonada.

- Si se desea, los compuestos blanqueadores pueden ser catalizados mediante un compuesto de manganeso. Dichos compuestos son bien conocidos en la técnica e incluyen, por ejemplo, los catalizadores basados en manganeso descritos en US-5.246.621, US-5.244.594; US-5.194.416; US-5.114.606 y en EP-549.271A1, EP-549.272A1, EP-
15 544.440A2 y EP-544.490A1; Ejemplos preferidos de estos catalizadores incluyen $\text{Mn}^{\text{IV}}_2(\text{u-O})_3(1,4,7\text{-trimetil-1,4,7-triazaciclononano})_2(\text{PF}_6)_2$, $\text{Mn}^{\text{III}}_2(\text{u-O})_1(\text{u-OAc})_2(1,4,7\text{-trimetil-1,4,7-triazaciclononano})_2(\text{ClO}_4)_2$, $\text{Mn}^{\text{IV}}_4(\text{u-O})_6(1,4,7\text{-triazaciclononano})_4(\text{ClO}_4)_4$, $\text{Mn}^{\text{III}}\text{Mn}^{\text{IV}}_4(\text{u-O})_1(\text{u-OAc})_2(1,4,7\text{-trimetil-1,4,7-triazaciclononano})_2(\text{ClO}_4)_3$, $\text{Mn}^{\text{IV}}(1,4,7\text{-trimetil-1,4,7-triazaciclononano})-(\text{OCH}_3)_3(\text{PF}_6)$ y mezclas de los mismos. Otros catalizadores del blanqueador basados en metal incluyen los descritos en US-4.430.243 y US-5.114.611. El uso de manganeso con diversos ligandos
20 complejos para reforzar el blanqueamiento también se describe en las patentes: US-4.728.455, US-5.284.944, US-5.246.612, US-5.256.779, US-5.280.117, US-5.274.147, US-5.153.161 y US-5.227.084.

- Como cuestión práctica, y no a modo de limitación, las composiciones y procesos de la presente invención pueden ajustarse para obtener del orden de al menos una parte por diez millones de la especie de catalizador activo de blanqueo
25 en la solución de lavado acuosa, lo que supondrá preferiblemente de aproximadamente 0,1 ppm a aproximadamente 700 ppm, más preferiblemente de aproximadamente 1 ppm a aproximadamente 500 ppm, de la especie catalítica en la solución de lavado de ropa.

Enzimas

- 30 En las formulaciones de la presente invención se pueden incluir enzimas para distintos fines de lavado de ropa como por ejemplo, la eliminación de manchas de proteínas, hidratos de carbono o triglicéridos o para evitar transferencias de colorante o para restaurar el tejido. Las enzimas que se pueden incorporar son proteasas, amilasas, lipasas, celulasas y peroxidases, así como mezclas de las mismas. También se pueden incluir otros tipos de enzimas. Éstas pueden
35 ser de cualquier origen apropiado como, p. ej., vegetal, animal, bacteriano, fúngico y de levadura. Sin embargo, su elección viene gobernada por varios factores como la actividad de pH y/o los óptimos de estabilidad, termoestabilidad, estabilidad frente a detergentes activos, aditivos reforzantes de la detergencia, etc. A este respecto se prefieren las enzimas bacterianas o fúngicas, tales como las amilasas y proteasas bacterianas y las celulasas fúngicas.

- 40 Las enzimas se incorporan normalmente a niveles suficientes para proporcionar hasta aproximadamente 5 mg en peso, de forma más típica de aproximadamente 0,01 mg a aproximadamente 3 mg, de enzima activa por gramo de la composición. Dicho de otra manera, las composiciones en la presente invención comprenderán de forma típica de aproximadamente 0,001% a aproximadamente 5%, preferiblemente un 0,01%-1% en peso de una preparación comercial de enzima. Las enzimas proteasas están normalmente presente en dichas preparaciones comerciales a niveles
45 suficientes como para proporcionar de 0,005 a 0,1 unidades Anson (AU; del inglés, Anson unit) de actividad por gramo de composición.

- Ejemplos adecuados de proteasas son las subtilisinas que se obtienen a partir de cepas especiales de *B. subtilis* y *B. licheniformis*. Otra proteasa adecuada es la obtenida de una cepa de *Bacillus* y que tiene una actividad máxima
50 en el intervalo de pH 8-12, desarrollada y vendida por Novo Industries A/S bajo la marca registrada de ESPERASE. La preparación de esta enzima y de enzimas análogas se describe en la patente GB-1.243.784 de Novo. Las enzimas proteolíticas adecuadas para eliminar las manchas de origen proteico disponibles en el mercado son las que se comercializan bajo las marcas ALCALASE y SAVINASE de Novo Industries A/S (Dinamarca) y MAXATASE de International Bio-Synthetics, Inc. (Holanda). Otras proteasas incluyen la Proteasa A (véase la solicitud EP-130.756,
55 publicada el 9 de enero de 1985) y la Proteasa B (véase la solicitud EP-87303761.8, presentada el 28 de abril de 1987, y la solicitud EP-130.756, Bott y col., publicada el 9 de enero de 1985).

- Las amilasas incluyen, por ejemplo, α -amilasas descritas en la patente GB-1.296.839 (Novo), RAPIDASE de International Bio-Synthetics, Inc. y TERMAMYL de Novo Industries.

- 60 Las celulasas que se pueden utilizar en la presente invención incluyen tanto las celulasas bacterianas como las fúngicas. Preferiblemente, tendrán un pH óptimo de entre 5 y 9,5. Las celulasas adecuadas se describen en US-4.435.307, concedida a Barbesgoard y col. el 6 de marzo de 1984, la cual describe la celulasa fúngica producida a partir de *Humicola insolens* y de la cepa de *Humicola* DSM1800 o un hongo productor de celulasa 212 que pertenece al
65 género *Aeromonas*, y la celulasa extraída del hepatopáncreas de un molusco marino (*Dolabella Auricula Solander*). Las celulasas adecuadas también se describen en GB-A-2.075.028; GB-A-2.095.275 y DE-OS-2.247.832. CAREZYME (Novo) es especialmente útil.

ES 2 284 164 T3

Enzimas lipasa adecuadas para su uso en detergentes incluyen aquellas producidas por microorganismos del grupo *Pseudomonas*, tales como *Pseudomonas stutzeri* ATCC 19.154, como se describe en la patente GB-1.372.034. Véase también lipasas en la patente JP-53.20487, presentada a inspección pública el 24 de febrero de 1978. Esta lipasa es comercializada por Amano Pharmaceutical Co. Ltd., Nagoya, Japón, bajo el nombre Lipasa P "Amano", en adelante mencionada como "Amano-P". Otras lipasas comerciales son Amano-CES, lipasas de *Chromobacter viscosum*, p. ej., *Chromobacter viscosum* var. *lipoliticum* NRRLB 3673, comercializadas por Toyo Jozo Co., Tagata, Japón; y otras lipasas de *Chromobacter viscosum* de U.S. Biochemical Corp., EE.UU., y Disoynt Co., Países Bajos, y lipasas de *Pseudomonas gladioli*. La enzima Lipolase derivada de *Humicola lanuginosa* y comercializada por Novo (véase también EP O 341.947) es una lipasa preferida de uso en la presente invención.

Las enzimas peroxidasa se usan junto con fuentes de oxígeno, por ejemplo, percarbonato, perborato, persulfato, peróxido de hidrógeno, etc. Estas se utilizan para "blanquear la solución", es decir, para evitar la transferencia de colorantes o pigmentos liberados de los sustratos durante las operaciones de lavado a otros sustratos de la solución de lavado. En la técnica se conocen enzimas peroxidasa e incluyen, por ejemplo, peroxidasa de rábano picante, ligninasa y haloperoxidasa tal como cloro- y bromo-peroxidasa. Las composiciones de detergente que contienen peroxidasa se describen, por ejemplo, en la solicitud internacional PCT WO 89/099813, concedida el 19 de octubre de 1989 a O. Kirk y asignada a Novo Industries A/S.

Una amplia gama de productos enzimáticos y de medios para su incorporación a composiciones detergentes sintéticas se describen también en US-3.553.139, concedida el 5 de enero de 1971 a McCarty y col. Otras enzimas también se describen en US-4.101.457, concedida a Place y col. el 18 de julio de 1978, y en US-4.507.219, concedida a Hughes el 26 de marzo de 1985. Los materiales enzimáticos útiles para las formulaciones detergentes líquidas y su incorporación en dichas formulaciones se describen en US-4.261.868, concedida a Hora y col. el 14 de abril de 1981. Las enzimas para uso en detergentes se pueden estabilizar mediante diversas técnicas. Las técnicas de estabilización enzimática se describen y ilustran en US-3.600.319, concedida el 17 de agosto de 1971 a Gedge, y col., y la solicitud EP-0.199.405, la solicitud EP-86200586.5, publicada el 29 de octubre de 1986, concedida a Venegas. Los sistemas de estabilización enzimática también se describen, por ejemplo, en US-3.519.570.

Otros componentes que se usan habitualmente en las composiciones detergentes y que se pueden incorporar a las pastillas de detergente de la presente invención incluyen agentes quelantes, agentes para liberar la suciedad, inhibidores de redeposición de manchas, agentes dispersantes, abrillantadores, supresores de las jabonaduras, suavizantes de tejidos, agentes inhibidores de la transferencia de colorantes y perfumes.

Ejemplos

	Ej. 1	Ej. 2	Ej. comp. 3	Ej. comp. 4
40 Aglomerados aniónicos	24,48	19,59	25,00	20,00
Aglomerados no iónicos	5,40	4,32	5,53	4,42
Aglomerados de activador del blanqueador	5,56	4,45	5,69	4,55
Encapsulado de ftalocianina de cinc sulfonada	0,02	0,02	0,03	0,02
45 Supresor de las jabonaduras	3,15	2,52	3,23	2,58
Zeolita desecada	6,16	4,93	6,30	5,04
Silicato laminar	13,38	10,70	13,69	10,95
50 Aglomerado de inhibidor de transferencia de colorantes	0,12	0,09	0,13	0,10
Encapsulados de perfume	0,22	0,18	0,23	0,18
Pulverizado de pasta no iónica	5,30	4,24	5,43	4,34
55 Fluorescente	0,25	0,20	0,26	0,21
Carbonato sódico	4,57	3,66	4,68	3,74
Percarbonato sódico	19,38	15,50	19,78	15,86
60 HEDP sódico	0,77	0,62	0,79	0,63
Polímero para la liberación de la suciedad	0,17	0,14	0,18	0,14
Perfume	0,32	0,25	0,33	0,26
Proteasa	0,85	0,68	0,86	0,69
65 Celulasa	0,24	0,19	0,25	0,20
Lipasa	0,21	0,16	0,21	0,17

ES 2 284 164 T3

	Amilasa	0,68	0,55	0,70	0,56
5	Ácido adípico	7,88	7,88	6,70	6,70
	Compacto para la efervescencia	-	18,25	-	18,66
	Disgregante	0,88	0,88	-	-
	NYMCEL ZSB-16				
10	TOTAL	100,00	100,00	100,00	100,00

15 Los aglomerados aniónicos comprenden un 38% de tensioactivo aniónico, un 22% de zeolita y un 40% de carbonato.

Los aglomerados no iónicos comprenden un 26% de tensioactivo no iónico, un 48% de zeolita y un 26% de carbonato.

20 Los aglomerados de activador del blanqueador comprenden un 81% de TAED, un 17% de copolímero acrílico/maleico (forma ácida) y un 2% de agua.

Los encapsulados de ftalocianina de cinc sulfonada presentan una actividad del 10%.

25 El supresor de las jabonaduras comprende un 11,5% de aceite de silicona (p. ej. Dow Corning) y un 88,5% de almidón.

El silicato laminar comprende 78% de SKS-6 de Hoechst y 22% de ácido cítrico.

30 Los aglomerados del inhibidor de la transferencia de colorantes comprenden un 21% de PVNO/PVPVI, un 61% de zeolita y un 18% de carbonato.

Los encapsulados de perfume comprenden 50% de perfume y 50% de almidón.

35 El pulverizado de pasta no iónica comprende un 67% de AE5 C12-C15 (alcohol con un promedio de 5 grupos etoxi por molécula), un 24% de N-metilglucosamida y un 9% de agua.

El compacto para la efervescencia comprende 54,5% de bicarbonato sódico y 45,5% de ácido cítrico.

40 Todos los materiales en forma de partículas del Ejemplo 1, excepto la zeolita desecada, se mezclaron en un tambor de mezclado para formar una mezcla homogénea en forma de partículas; durante este mezclado se llevaron a cabo las pulverizaciones. Después de realizar las pulverizaciones, se realizó el lubricado con la zeolita desecada.

45 Se elaboró una primera serie de pastillas del siguiente modo: se introdujeron aproximadamente 37,5 g de la mezcla en un molde de forma circular con un diámetro de 4,5 cm y se comprimieron con una fuerza de 0,5 kN o aproximadamente 30 newton/cm², para obtener pastillas de aproximadamente 2,2 cm de altura y una densidad de aproximadamente 1,1 g/cc. La resistencia a la tracción de la pastilla era de 3,5 kPa.

50 El ácido adípico se calentó en un baño termostático hasta 170°C agitando suavemente hasta que se fundió. El agente disgregante, Nymcel ZSB-16®, se añadió a continuación agitando continuamente hasta que el ácido adípico formó una suspensión. Las pastillas preparadas como se ha descrito anteriormente se añadieron a continuación al líquido para formar la pastilla recubierta final, en donde esta pastilla tuvo un peso total de 41,1 g y una resistencia a la tracción de 12,6 kPa.

55 Se preparó una segunda serie de pastillas con una fuerza de compactación de 1 kN o aproximadamente 65 N/cm² para proporcionar pastillas de aproximadamente 2,0 cm de altura, una densidad de aproximadamente 1,2 g/cc y una resistencia a la tracción de 9,0 kPa.

60 Tras el recubrimiento con ácido adípico, las pastillas tenían un peso de 41,2 g y la resistencia a la tracción era de 21,2 kPa.

65 Se elaboró una tercera serie de pastillas con una fuerza de compactación de 1,5 kN o aproximadamente 95 N/cm², para proporcionar pastillas de aproximadamente 1,9 cm de altura, una densidad de aproximadamente 1,3 g/cc y una resistencia a la tracción de 12,9 kPa. Tras el recubrimiento con ácido adípico, las pastillas tenían un peso de 41,1 g y la resistencia a la tracción era de 31,5 kPa.

ES 2 284 164 T3

Ejemplo 2

Se realizó el mezclado según el método descrito en el ejemplo 1 y, después del lubricado, se añadieron los gránulos de efervescencia al tambor de mezclado para realizar un mezclado final.

La fabricación de las pastillas y el recubrimiento se llevó a cabo según el método descrito en el Ejemplo 1.

Se elaboró una primera serie de pastillas con una fuerza de compactación de 1 kN o aproximadamente 63 newton/cm², para proporcionar pastillas de aproximadamente 2,2 cm de altura, una densidad de aproximadamente 1,1 g/cc y una resistencia a la tracción de 4,5 kPa.

Tras el recubrimiento con ácido adípico las pastillas tenían un peso de 41,1 g y la resistencia a la tracción era de 14,4 kPa.

Se elaboró una segunda serie de pastillas con una fuerza de compactación de 1,5 kN o aproximadamente 95 N/cm² para proporcionar pastillas de aproximadamente 2,2 cm de altura, una densidad de aproximadamente 1,2 g/cc y una resistencia a la tracción de 8,5 kPa.

Tras el recubrimiento con ácido adípico las pastillas tenían un peso de 41,1 g y la resistencia a la tracción era de 22,2 kPa.

Se elaboró una tercera serie de pastillas con una fuerza de compactación de 2,5 kN o aproximadamente 160 N/cm², para proporcionar pastillas de aproximadamente 2,0 cm de altura, una densidad de aproximadamente 1,2 g/cc y una resistencia a la tracción de 15,7 kPa.

Tras el recubrimiento con ácido adípico las pastillas tenían un peso de 41,1 g y la resistencia a la tracción aumentó hasta 31 kPa.

En el Ejemplo comparativo 3, se repitió el proceso del ejemplo 1 pero sin disgregante. La resistencia a la tracción final de las tres series de pastillas fue de 6,5 kPa, 15,5 kPa y 19,5 kPa, respectivamente.

En el Ejemplo comparativo 4, se repitió el proceso del ejemplo 4 pero sin disgregante. La resistencia a la tracción final de las tres series de pastillas fue de 10,4 kPa, 14,5 kPa y 21,3 kPa, respectivamente.

REIVINDICACIONES

1. Una pastilla que comprende un núcleo y un recubrimiento, conformándose el núcleo comprimiendo un material en forma de partículas, comprendiendo el material en forma de partículas tensioactivo y aditivo reforzante de la detergencia, **caracterizada** porque el material de recubrimiento tiene una solubilidad en agua a 25°C de menos de 20 g/l y se selecciona de ácidos dicarboxílicos C₂-C₁₃ y el recubrimiento comprende un disgregante, el cual se hinchará una vez que entre en contacto con agua a un nivel para romper el recubrimiento hasta un 30% en peso del recubrimiento.

2. La pastilla según la reivindicación 1, que comprende un disgregante seleccionado del grupo que consiste en almidón natural, almidón modificado, almidón pregelatinizado, gluconato de almidón sódico, croscarmelosa sódica, crospovidona, celulosa, carboximetilcelulosa, ácido alginico, alginato sódico, dióxido de silicona, arcilla, goma agar, goma guar, goma garrofín, goma karaya, goma pectina, goma tragacanto, polivinilpirrolidona, polisacáridos de soja, resinas de intercambio iónico y mezclas de los mismos.

3. La pastilla según la reivindicación 1 o la reivindicación 2, que además comprende un agente efervescente.

4. La pastilla según la reivindicación 3, en donde el agente efervescente es una fuente de ácido soluble y un carbonato de metal alcalino.

5. Un proceso para fabricar una pastilla que comprende las etapas de:

(a) conformar un núcleo comprimiendo un material en forma de partículas, comprendiendo el material en forma de partículas tensioactivo y aditivo reforzante de la detergencia;

(b) aplicar un material de recubrimiento al núcleo, estando el material de recubrimiento en forma de masa fundida;

(c) dejar que el material de recubrimiento fundido se solidifique;

caracterizado porque el material de recubrimiento comprende un disgregante el cual se hinchará en contacto con agua a un nivel para romper el recubrimiento hasta un 30% en peso y en donde el material de recubrimiento tiene una solubilidad en agua a 25°C de menos de 20 g/l y se selecciona de ácidos dicarboxílicos C₂-C₁₃.

6. Un proceso según la reivindicación 5, en donde el material, o la mezcla de materiales, de recubrimiento tienen un punto de fusión de 40°C a 200°C.