



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 301 755**

51 Int. Cl.:

C11D 17/00 (2006.01)

C11D 3/20 (2006.01)

C11D 3/32 (2006.01)

C11D 3/22 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **03076738 .8**

86 Fecha de presentación : **04.06.2003**

87 Número de publicación de la solicitud: **1375636**

87 Fecha de publicación de la solicitud: **02.01.2004**

54

Título: **Pastillas detergentes.**

30

Prioridad: **14.06.2002 EP 02077444**

45

Fecha de publicación de la mención BOPI:
01.07.2008

45

Fecha de la publicación del folleto de la patente:
01.07.2008

73

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

72

Inventor/es: **Appel, Peter William;**
Van Doorn, Daniel A. y
Nauta, Lammert

74

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

ES 2 301 755 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 2 301 755 T3

DESCRIPCIÓN

Pastillas detergentes.

5 Esta invención se refiere a composiciones de limpieza en la forma de pastillas, por ejemplo, para ser usadas en máquinas lavadoras o lavavajillas.

Las composiciones detergentes en forma de pastillas tienen ventajas sobre los productos en polvo en cuanto que no requieren una medición y, por tanto, son más fáciles de manejar y suministrar en la carga de lavado.

10 Las pastillas de una composición de limpieza son preparadas generalmente comprimiendo o compactando una cantidad de la composición en forma de partículas.

15 También se han descrito pastillas que comprenden dos o más zonas separadas. Por ejemplo, el documento WO 01/42416 describe la producción de estructuras moldeadas de múltiples fases que comprenden una combinación de estructuras moldeadas del núcleo y una mezcla previa en forma de partículas. El documento WO 00/61717 describe una pastilla de detergente que está caracterizada porque al menos parte de su superficie externa es semi-sólida. El documento WO 00/04129 describe una pastilla de detergente de múltiples fases que comprende una primera fase en la forma de una estructura conformada que tiene al menos un molde en la misma y una segunda fase en la forma de un sólido en forma de partículas comprimidas en dicho molde.

20 Es un objeto de la presente invención proporcionar una pastilla de limpieza que comprende una fase blanda, en la dicha fase blanda comprende un nivel elevado de tensioactivos y en la que dicha pastilla de limpieza tiene buenas propiedades dispersantes de la fase blanda y en la que la fase blanda tiene una textura adecuada (preferentemente entre ablandada y dura).

30 Aunque la invención se puede referir a una pastilla blanda de fase única, según una realización preferida de la presente invención se proporciona una pastilla de limpieza que tienen una pluralidad de zonas discretas con composiciones diferentes, caracterizada porque al menos una primera zona de la pastilla es una zona blanda y al menos una segunda zona de la pastilla es una zona sólida de material en forma de partículas compactadas.

En un primer aspecto, la invención se refiere a una pastilla de limpieza que comprende una fase blanda en la que la fase blanda comprende:

35 (a) de 25 a 90% en peso de tensioactivos; y

(b) de 10 a 90% en peso de un material orgánico que tiene un peso molecular de menos de 500, y en el que el material orgánico se selecciona entre urea o lactatos o acetatos solubles en agua o sus combinaciones y

40 (c) de 0 a 5% en peso de agua.

Preferentemente, el material orgánico es soluble en agua y/o sólido a temperatura ambiente. Más preferentemente, el material tiene un peso molecular de 50 a 150.

45 Preferentemente, las pastillas de la invención de forma cilíndrica en la que las dos superficies principales (lado superior y lado inferior) son sustancialmente lisas.

50 Como se indico anteriormente, las pastillas de la invención pueden ser pastillas de fase única, que están constituidas predominantemente por la fase blanda como se describió anteriormente. Sin embargo, una realización preferida de la invención se refiere a una pastilla de fases múltiples en la que está presente la fase blanda y adicionalmente están presentes una o más de otras fases. Adecuadamente, estas fases adicionales pueden ser blandas y semi-sólidas o sólidas. Las fases particularmente adecuadas son sólidas compuestas por sólidos en forma de partículas compactadas.

55 Las zonas de una pastilla de fases múltiples son posiblemente capas separadas en una pastilla. Sin embargo, una zona discreta de una pastilla podría tener también otras formas, por ejemplo, uno o más núcleo(s) o inserción(es). En una realización preferida, la primera zona es una capa blanda y la segunda zona es una capa de material en forma de partículas compactadas. En una realización ventajosa adicional, la primera zona es un núcleo o inserción de material blando o semi-sólido incrustado en la segunda zona que es una capa de material en forma de partículas compactadas.

60 Preferentemente, la zona blanda es una zona semi-sólida como se define con posterioridad.

Si la pastilla es una pastilla blanda de fase única o semi-sólida, entonces preferentemente el peso de esta pastilla será de 5 a 100 g, más preferentemente de 10 a 40 g, los más preferentemente de 15 a 35 g.

65 Si la pastilla es una pastilla de fases múltiples que comprende la fase blanda o semi-sólida de la invención, entonces preferentemente la fase blanda o semi-sólida está presente como una zona distinta que tiene preferentemente un peso de 2 a 20 gramos, más preferentemente de 3 a 10 gramos. Preferentemente, las otras fases conjuntamente tienen un peso de 10 a 50 gramos, más preferentemente 15 a 40 gramos.

ES 2 301 755 T3

La primera zona de la pastilla es una zona blanda. Para los fines de esta invención, la expresión “fase blanda” se refiere a composiciones que por una parte son suficientemente sólidas para retener su forma a temperatura ambiente y, por otra, tienen una apariencia blanda. Las texturas blandas son generalmente de porosidad baja o nula, a una distancia de observación normal, y tienen la apariencia de una fase continua, por ejemplo, en opción a la apariencia porosa o en forma de partículas de un material en forma de partículas compactadas.

El documento WO 99/24549 describe el uso de partes gelatinosas no comprimidas dispuestas en un molde como una fase blanda. Estas pastillas deben ser preparadas con una instalación específica para asegurar la apropiada formación del molde. Además de ello, las composiciones para fase blanda según se describen en este documento contienen niveles muy elevados de ingredientes con una funcionalidad limitada en el lavado, como dipropilenglicolbutil-éter o triacetato de glicerol.

El documento WO 00/61717 describe (en el ejemplo) la preparación de una pastilla de forma de partículas comprimidas en cuya parte superior se preparó una capa (no comprimida) vertiendo una mezcla de componentes no iónicos y PEG seguido de un endurecimiento. Esta formulación y su método de preparación son desventajosos porque requieren una etapa de endurecimiento muy larga en el molde para las pastillas, durante la cual el molde para las pastillas no puede ser usado para una producción adicional, aumentando así significativamente los costes de producción.

Preferentemente, la zona blanda de la pastilla es una zona semi-sólida.

Para los fines de esta invención, el término “semi-sólido” se refiere a composiciones que por una parte son suficientemente sólidas para retener su forma a temperatura ambiente, pero que no son tampoco completamente sólidas.

Un ensayo adecuado para verificar si una composición puede ser considerada semi-sólida puede ser descrito con referencia a los dibujos que se acompañan, que ilustran en forma de diagrama el ensayo de una pastilla cilíndrica:

la Fig. 1a muestra una pastilla cuando es puesta en contacto por primera vez con las placas de una máquina de ensayo Instron,

la Fig. 1b muestra la pastilla en el punto de fallo,

la Fig. 2 ilustra en forma de diagrama la forma de un gráfico obtenido durante el ensayo.

Una pastilla cilíndrica 10 con un diámetro de 45 mm y una altura de 20 mm es comprimida fácilmente entre las placas 12 y 14 de una máquina de ensayo de materiales hasta que la pastilla se rompe. En la posición de partida mostrada en la Fig. 1a, las placas 12 y 14 entran en contacto con la pastilla pero no aplica fuerza a la misma. La fuerza es aplicada como se indica mediante las flechas 16, para comprimir la pastilla y la velocidad vertical de la placa superior es de 25 mm/ minuto. La máquina de ensayo mide la fuerza aplicada (F) y también el desplazamiento (x) de las placas una hacia la otra a medida que la pastilla es comprimida. La distancia (y) entre las placas antes de que sea aplicada la fuerza, que es el diámetro de la pastilla, es también conocida. En el fallo, ilustrado en la Fig. 1b, la pastilla se agrieta (por ejemplo, como se muestra en 18) y cae la fuerza aplicada necesaria para mantener el desplazamiento. La medición se interrumpe cuando la fuerza aplicada necesaria para mantener el desplazamiento ha caído en un 25% desde su valor máximo, como se indica con 19 en la Fig. 2. El desplazamiento en el fallo (x_f) es indicado entre las Figs. 1a y 1b.

Un gráfico de la fuerza (F) frente al desplazamiento (x) tiene la forma ilustrada por la Fig. 2. La fuerza máxima es la fuerza en el fallo (F_f). La energía de rotura es el área bajo el gráfico de fuerza frente a desplazamiento, hasta el punto de rotura. Se muestra sombreada en la Fig. 2 y viene dada por la ecuación:

$$E_b = \int_0^{x_f} F(x) dx$$

en la que E_b es la energía de rotura en mJulios, x es el desplazamiento en metros y F es la fuerza aplicada en Newtons en el desplazamiento x y x_f es el desplazamiento en el fallo.

Las composiciones semi-sólidas están caracterizadas por una relación de F_f a E_b menor que 1,0, más preferentemente de 0,1 a 0,9, lo más preferentemente de 0,2 a 0,6, mientras que las pastillas tradicionales de materiales en forma de partículas compactadas se caracterizan generalmente por una relación de F_f a E_b de más de 1, más generalmente más de 1,25 o incluso más de 1,5 hasta aproximadamente 6.

En una realización ventajosa de la invención, la fase blanda o semi-sólida comprende 25-80 en peso de tensioactivos (basado en el peso total de dicha fase blanda o semi-sólida), más preferentemente de 25 a 75% en peso, lo más preferentemente de 30 a 70% en peso. Se ha encontrado que la combinación de una primera zona blanda semi-sólida

ES 2 301 755 T3

separada y estos elevados niveles de tensioactivos proporcionan muy buenas propiedades dispersantes y limpiadoras a la pastilla.

5 Preferentemente, los tensioactivos en la primera zona blanda o semi-sólida comprenden una combinación de tensioactivos aniónicos, (preferentemente tensioactivos aniónicos no jabonosos) y tensioactivos no iónicos en una relación en peso de 5:1 a 1:5, más preferentemente 3:1 a 1:3, más preferentemente 2:1 a 1:2. Pueden estar igualmente presentes tensioactivos adicionales, por ejemplo, tensioactivos catiónicos a un nivel, por ejemplo, de 0,1 a 10% en peso basado en el peso de la parte blanda o semi-sólida. También ventajosamente, la zona blanda o semi-sólida puede comprender jabón, por ejemplo, a un nivel de 0,1 a 10% en peso basado en el peso de la parte blanda o semi-sólida.

10 La zona blanda o semi-sólida comprende también materiales orgánicos que tienen un peso molecular de menos de 500. Preferentemente, el material orgánico es soluble en agua, (tiene una solubilidad de más de 10 g/l, más preferentemente de más de 100 g/l a 20°C). También preferentemente, el material orgánico es sólido a temperatura ambiente. De forma especialmente preferida el material orgánico es fundible, por ejemplo, tiene un punto de fusión de menos de 15 100°C.

El material orgánico se selecciona entre el grupo de urea, lactatos y acetatos y sus combinaciones. Más preferentemente, el material orgánico tiene un peso molecular de 50 a 150. Lo más preferido es el uso de ureas o acetatos. Se usaran acetatos adecuadamente solubles en agua, por ejemplo, acetato de sodio o acetato de potasio. Para los fines de la invención, el peso molecular de los materiales se calcula excluyendo cualquier agua de cristalización que pueda estar presente.

Preferentemente, la fase blanda o semi-sólida comprende 20-75% en peso en estos materiales (basado en el peso total de dicha fase blanda o semi-sólida), más preferentemente de 25 a 75% en peso, lo más preferentemente de 25 30 a 70% en peso. Se ha encontrado que los materiales orgánicos de bajo peso molecular como los anteriormente mencionados, urea o acetato o sus combinaciones proporcionan buenas propiedades estructurantes a la fase blanda o semi-sólida, especialmente si esta fase comprende niveles relativamente elevados de tensioactivos.

Esta estructuración conduce, por una parte, a una consistencia firme deseada de la fase blanda o semi-sólida, pero por otra parte retiene la naturaleza blanda o semi-sólida de la fase. Además de ello, los materiales orgánicos como urea y acetato son capaces de reducir el chorreo de la fase blanda o semi-sólida.

Si los materiales orgánicos están presentes en la fase blanda o semi-sólida, entonces no es generalmente necesario incorporar materiales diluyentes en dicha fase. Por lo tanto, ventajosamente, la zona blanda o semi-sólida de la pastilla comprende niveles nulos o solamente bajos de materiales diluyentes, por ejemplo, polietilenglicol o (mono-) propilenglicol. Preferentemente, el nivel de estos diluyentes es de 0 a 10% en peso, más preferentemente 0 a 5 y lo más preferentemente menos de 2% en peso basado en el peso de la fase blanda o semi-sólida.

La fase blanda o semi-sólida comprende niveles nulos o solamente bajos de agua. El nivel de agua es de 0 a 5% en peso basado en el peso de la fase blanda o semi-sólida. Lo más preferentemente, las fases blandas o semi-sólidas están sustancialmente exentas de agua, lo que significa que aparte de los bajos niveles de humedad (por ejemplo, para la neutralización o como agua de cristalización) el nivel total de agua en la fase blanda o semi-sólida es de menos de 1% en peso, más preferentemente menos de 0,5% en peso.

Preferentemente, el peso total de tensioactivos en la fase blanda o semi-sólida es de 2 a 20 gramos, más preferentemente de 3 a 10 gramos.

En una realización preferida de la invención, la pastilla puede ser una pastilla de fases múltiples en las que las fases distintas de la fase blanda o semi-sólida como se describió anteriormente comprenden niveles nulos o solo bajos de tensioactivos. Preferentemente, el nivel de tensioactivos en las demás fases es menor que 10% en peso (basado en el peso total de dichas fases), más preferentemente de 0 a 9% en peso, lo más preferentemente de 1 a 8% en peso.

El una realización ventajosa de la invención, las pastillas de limpieza comprenden una primera zona blanda o semi-sólida (como se describió anteriormente) en combinación con una segunda zona de la pastilla que es una zona sólida, por ejemplo, preparada por compresión de una composición en forma de partículas.

Aunque la segunda zona puede comprender materiales tensioactivos, esta zona comprende preferentemente ingredientes de la pastilla distintos de los tensioactivos. Ejemplos de estos ingredientes son, por ejemplo, mejoradores de la detergencia, sistemas de blanqueo, enzimas, etc. Preferentemente, los mejoradores de la detergencia en la pastilla están presentes preferentemente en la segunda zona. Preferentemente, el sistema de blanqueo está presente predominantemente en la segunda zona. Preferentemente las enzimas están presentes predominantemente en la segunda zona. Para los fines de esta invención salvo que se establezca otra cosa, la expresión "predominantemente presentes" se refiere a una situación en la que al menos un 90% en peso de un ingrediente está presente en la segunda zona, más preferentemente más de 98% en peso, lo más preferentemente de forma sustancial 100% en peso.

La descripción anterior de la pastilla ha sido proporcionada con referencia a una pastilla constituida por dos zonas. Sin embargo, debe entenderse que cada una de las zonas puede estar compuesta por un número limitado de zonas discretas. Por ejemplo, la primera zona blanda o semi-sólida puede ser una única parte discreta de la pastilla, pero

ES 2 301 755 T3

puede ser también un número limitado (por ejemplo, 1-5) de partes discretas blandas o semi-sólidas. Preferentemente, cada una de estas partes blandas o semi-sólidas son de al menos 1 gramo, también preferentemente cada uno de estas partes blandas o semi-sólidas es sustancialmente de la misma composición. Si se hace referencia a la composición o peso de la primera zona, debe entenderse que esto se refiere al peso total y la composición de estas partes blandas o semi-sólidas.

Análogamente, la segunda zona puede estar compuesta por un número limitado, (por ejemplo, 1-5) de partes sólidas, por ejemplo, capas separadas en la pastilla. Preferentemente, cada una estas partes tiene un peso de al menos 10 gramos, también preferentemente cada una de las partes sólidas es sustancialmente de la misma composición. Si se hace referencia a la composición o peso de la segunda zona, debe entenderse que esto se refiere al peso total y la composición de estas partes sólidas.

Además de la primera zona blanda o semi-sólida y la segunda zona sólida, las pastillas de limpieza de la invención pueden comprender opcionalmente zonas adicionales, por ejemplo, la pastilla puede estar parcial o completamente revestida.

Las pastillas de limpieza según la invención son elaboradas preferentemente mediante un procedimiento que comprende las etapas de:

(a) insertar una composición en forma de partículas en un molde para pastillas

(b) insertar una o más partes blandas o semi-sólidas en dicho molde para pastillas

(c) compresión conjunta de la composición en forma de partículas y las partes blandas o semi-sólidas para formar una pastilla comprimida que comprende zonas discretas, en la que la primera zona está formada por dichas partes blandas o semi-sólidas comprimidas y la segunda zona esta formada por dicha composición en forma de partículas comprimidas.

Preferentemente, la etapa (a) tiene lugar antes de la etapa (b).

En una realización preferida de la invención, la composición en forma de partículas es previamente comprimida a una fuerza de 0,1 a 20 kN/cm² entre las etapas (a) y (b). En otra realización preferida, la composición en forma de partículas es alisada entre las etapas (a) y (b).

Preferentemente, la compresión (conjunta) de la combinación de la(s) zona(s) blanda(s) o semi-sólida(s) y sólida(s) tiene lugar a una fuerza de 0,1 a 20 kN/cm². Especialmente, si la zona sólida ha sido previamente comprimida, la compresión conjunta en la etapa (c) puede ser ventajosamente a una fuerza de 0,1-10 kN/cm², más preferentemente 0,5 a 5 kN/cm². Si la zona sólida no ha sido previamente comprimida, la compresión conjunta tiene lugar preferentemente a una fuerza de 1-100 kN/cm², más preferentemente 2-50 kN/cm², lo más preferentemente 2-10 kN/cm².

Una ventaja del método de la presente invención es que la compresión conjunta de la etapa (c) conduce a una buena adherencia de la primera zona a la segunda zona y evita la necesidad de aplicar un material adhesivo entre la zona blanda o semi-sólida y la sólida. Otra ventaja del método de la invención es que se puede llevar a cabo en una prensa normal para pastillas sin necesidad de adaptación de la forma de las superficies de compresión.

Una pastilla de esta invención puede estar destinada para ser usada en una máquina lavavajillas. Está pastilla es probable que contenga tensioactivo en una baja concentración como 0,5 a 2% en peso basado en la pastilla completa, aunque pueden ser usadas concentraciones superiores que varíen en el intervalo hasta 10% en peso. Estas contendrán normalmente sales, como por encima de 60% en peso, a menudo por encima de 85% en peso de la pastilla.

Las sales solubles en agua normalmente usadas en composiciones para máquinas lavavajillas son fosfatos (incluidos fosfatos condensados), carbonatos y silicatos, generalmente en forma de sales de metales alcalinos. Las sales de metales alcalinos solubles en agua seleccionadas entre fosfatos, carbonatos y silicatos, pueden proporcionar 60% en peso o más de una composición lavavajillas.

Otra posibilidad preferida es que una pastilla de esta invención esté destinada al lavado de telas. En este caso, la pastilla contendrá probablemente al menos 2% en peso, probablemente al menos 5% en peso hasta 40 ó 50% en peso basado en la pastilla completa y de 5 a 80% de mejorador de la detergencia, basado en la pastilla completa.

Los materiales que pueden ser usados en las pastillas de esta invención se expondrán seguidamente más en detalle.

Compuestos tensioactivos

Las composiciones que son usadas en las pastillas de la invención contendrán uno o más tensioactivos detergentes. En una composición para el lavado de telas, estos proporcionan preferentemente de 5 a 50% en peso de la composición global de las pastillas, más preferentemente de 8 o 9% en peso de la composición global hasta 40% o 50% en peso.

ES 2 301 755 T3

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

Un tensioactivo aniónico puede estar presente en una cantidad de 0,5 a 50% en peso, preferentemente de 2% o 4% hasta 30% o 40% en peso de la composición de la pastilla.

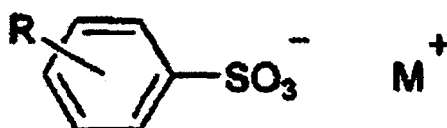
Los tensioactivos aniónicos sintéticos (es decir, no jabonosos) son bien conocidos por los expertos en la técnica. Ejemplos incluyen alquilbenceno-sulfonatos, particularmente alquilbenceno-sulfonatos lineales de sodio que tienen una longitud de la cadena alquílica de C₈-C₁₅; olefino-sulfonatos; alcano-sulfonatos;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

Un alquil-sulfato primario que tiene la fórmula



en la que R es una cadena de alquilo o alqueno de 8 a 18 átomos de carbono, especialmente 10 a 14 átomos de carbono y M⁺ es un catión solubilizante, es comercialmente significativo como un tensioactivo aniónico.

El alquilo lineal-benceno-sulfonato de fórmula



en la que R es alquilo lineal de 8 a 15 átomos de carbono y M⁺ es un catión solubilizante, especialmente sodio, es también un tensioactivo aniónico comercialmente significativo.

Frecuentemente, este alquilo lineal-benceno-sulfonato o alquilo primario-sulfato de la fórmula anterior, o una mezcla de los mismos, será el tensioactivo aniónico deseado y puede proporcionar 75 a 100% en peso de cualquier tensioactivo no jabonoso aniónico en la composición.

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

Puede ser deseable también incluir uno o más jabones de ácidos grasos. Estos son preferentemente jabones de sodio derivados de ácidos grasos que se producen de forma natural, por ejemplo, los ácidos grasos de aceite de coco, sebo de ternera o aceite de girasol o 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 óxidos de alqueno, especialmente óxido de etileno.

Los compuestos tensioactivos no iónicos específicos son condensados de alquil-fenol (C₈₋₂₂) con óxido de etileno, los productos de condensación de alcoholes primarios o secundarios de C₈₋₂₀ alifáticos y lineales o ramificados con óxido de etileno, y productos preparados mediante la condensación de óxido de etileno con los productos de reacción con óxido de propileno y etilendiamina.

Son especialmente preferidos los etoxilatos de alcoholes primarios y secundarios, especialmente los alcoholes primarios y secundarios de C₉₋₁₁ y C₁₂₋₁₅ etoxilados con una media de 5 a 20 moles de óxido de etileno por mol de alcohol.

En algunas pastillas para el lavado de telas de esta invención, la cantidad de tensioactivo no iónico se sitúa en un intervalo de 4 a 40%, mejor de 4 ó 5 a 30% en peso de la pastilla completa.

Muchos tensioactivos no iónicos son líquidos. Estos pueden ser absorbidos en partículas de la composición.

En una pastilla para máquina lavavajillas, el tensioactivo puede ser completamente no iónico en una cantidad por debajo de 5% en peso de la pastilla completa, aunque es conocido incluir algún tensioactivo aniónico y usar hasta 10% en peso de tensioactivo en total.

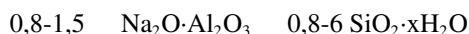
Mejorador de la detergencia

Una composición que es usada en pastillas de la invención contendrá de 5 a 80%, más habitualmente 15 a 60% en peso de un mejorador de la detergencia. Este puede ser proporcionado completamente mediante materiales solubles en agua, o puede ser proporcionado en gran parte o incluso completamente por un material insoluble en agua con

ES 2 301 755 T3

propiedades de ablandamiento del agua. El mejorador de la detergencia insoluble en agua puede estar presente como 5 a 80% en peso, mejor 5 a 60% en peso de la composición.

Los aluminosilicatos de metales alcalinos son altamente favorables como mejoradores de la detergencia insolubles en agua aceptables para el medio ambiente para el lavado de telas. 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 algo de agua de unión indicada como "xH₂O" y es necesario que tengan una capacidad de intercambio de iones de calcio de al menos 50 mg de CaO/g. Los aluminosilicatos de sodio preferidos contienen 1,5-3,5 unidades de SiO₂ (en la fórmula anterior). Pueden ser preparados materiales tanto amorfos como cristalinos fácilmente mediante una reacción entre silicato de sodio y aluminato de sodio como esta ampliamente descrito en la bibliografía.

Se describen mejoradores de la detergencia de intercambio iónico de aluminosilicato de sodio cristalino, por ejemplo, en el documento GB 1429143 (Procter & Gamble). Los aluminosilicatos de sodio preferidos de este tipo son las zeolitas A y X bien conocidas y disponibles comercialmente y la nueva zeolita P descrita y reivindicada en el documento EP 384070 (Unilever) y sus mezclas.

Supuestamente un mejorador de la detergencia insoluble en agua podría ser un silicato de sodio en capas como se describe en el documento US 4664839. 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 forma de morfología delta-Na₂SiO₅ del silicato en capas. Puede ser preparado mediante métodos como los descritos en los documentos DE-A-3.417.649 y DE-A-3.742.043. Pueden ser usados otros de estos silicatos en capas, como los que tienen la fórmula general NaMSi_xO_{2x+1}·yH₂O en la que M es sodio o hidrógeno, x es un número de 1,9 a 4, preferentemente 2 e y es un número de 0 a 20, preferentemente 0.

Los mejoradores de la detergencia inorgánico que contienen fósforo solubles en agua incluyen los ortofosfatos, metafosfatos, pirofosfatos y polifosfatos de metales alcalinos. Ejemplos específicos de mejoradores de la detergencia de fosfatos inorgánicos incluyen tripolifosfatos, ortofosfatos y hexametafosfatos de sodio y potasio.

Los mejoradores de la detergencia solubles en agua que no son de fósforos pueden ser orgánicos o inorgánicos. Los mejoradores de la detergencia inorgánicos que pueden estar presentes incluyen un carbonato de metal alcalino (generalmente sodio); mientras que los mejoradores de la detergencia 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.

Al menos una zona (preferentemente la segunda zona) de una pastilla para el lavado de telas incluye preferentemente polímeros de policarboxilatos, más especialmente poliácridatos y copolímeros acrílicos/maleicos que pueden funcionar como mejoradores de la detergencia e inhiben también el depósito no deseado sobre la tela desde el líquido de lavado.

Sistema de blanqueo

Las pastillas según la invención pueden contener un sistema de blanqueo en al menos una zona de una pastilla, preferentemente en la segunda zona. Esto comprende preferentemente uno o más completos de blanqueo peroxigenados, por ejemplo, persales inorgánicas o peroxiácidos orgánicos que pueden ser empleados conjuntamente con activadores para mejorar la acción blanqueante a bajas temperaturas de lavado. Si está presente cualquier compuesto de peróxígeno, la cantidad es probable que se sitúe en un intervalo de 10 a 25% en peso de la composición.

Las persales inorgánicas preferidas son monohidrato y tetrahidrato de perborato de sodio y percarbonato de sodio, ventajosamente empleados junto con un activador. Los activadores de blanqueo también denominados precursores de blanqueo han sido ampliamente descritos en la técnica. Ejemplos preferidos incluyen precursores de ácido peracético, por ejemplo, tetraacetilendiamina (TAED), actualmente de amplio uso comercial conjuntamente con perborato de sodio; y precursores de ácido perbenzoico. Los activadores de blanqueo de amonio cuaternario y fosfonio descritos en los documentos US 4751015 y US 4818426 (Lever Brothers Company) son también de interés. Otro 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) como etilendiamino-tetrametileno-fosfonato y dietilentriamino-pentametileno-fosfonato.

Como se indicó anteriormente, si está presente un blanqueador y es un blanqueador de peróxígeno inorgánico soluble en agua, la cantidad puede ser de 10% a 25% en peso de la composición.

ES 2 301 755 T3

Otros ingredientes detergentes

Las pastillas de detergentes de la invención pueden contener también (preferentemente en la segunda zona) una de las enzimas de detergencia bien conocidas en la técnica por su capacidad para degradar y ayudar a la supresión de
5 diversas suciedades y manchas. Las enzimas adecuadas incluyen las diversas proteasas celulosas, lipasas, aminasas y sus mezclas, que están diseñadas para suprimir una amplia diversidad de suciedades y manchas de las telas. Ejemplos de proteasas adecuadas son necesario Maxatase (marca registrada) suministrada por la empresa Gist-Brocades N.V., Delft, Holanda y Alcalase (marca registrada) y Savinase (marca registrada) suministradas por la empresa Novo Indus-
10 tri A/S, Copenhage, Dinamarca. Las enzimas de detergencia son comúnmente empleadas en la forma de gránulos o aglomerados, opcionalmente con un revestimiento protector, en una cantidad de aproximadamente 0,1% a aproximadamente 3,0% en peso de la composición; y estos gránulos o aglomerados no presentan problemas con respecto a la compactación para formar una pastilla.

Las pastillas de detergentes de la invención pueden contener también (preferentemente en la segunda zona) un
15 material de contraste (abrillantador óptico), por ejemplo, Tinopal (marca registrada) DMS o Tinopal CBS disponible en la empresa Ciba-Geigy AG, Basilea, Suiza. El Tinopal DMS es 4,4'-bis-(2-morfolino-4-anilino-s-triazin-6-ilamino) estilbeno-disulfonato de sodio y Tinopal CBS es 2,2'-bis-(fenil-estiril)disulfonato de sodio.

Es ventajosamente incluido un material antiespumante (preferentemente en la segunda zona), especialmente si
20 una pastilla de detergente está destinada principalmente para ser usada en máquinas lavadoras automáticas de tipo de tambor de carga frontal. Los materiales antiespumantes adecuados están habitualmente en forma granular, como los descritos en el documento EP 266863A (Unilever). Estos gránulos de antiespumante comprenden normalmente una mezcla de aceite de silicona, vaselina de petróleo, sílice hidrófoba y alquil-fosfato como material activo antiespumante, absorbido sobre un material de soporte inorgánico basado en un carbonato soluble en agua absorbido y poroso. Los
25 gránulos de antiespumante pueden estar presentes en una cantidad hasta 5% en peso de la composición.

Puede ser deseable también que una pastilla de detergente de la invención incluya 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
30 de partes metálicas en las máquinas lavadoras aparte de proporcionar alguna medida de mejora de la detergencia y proporcionar ventajas de tratamiento en la elaboración del material en forma de partícula que es compactado en forma de pastillas.

Una pastilla para el lavado de telas generalmente no contendrá más de 15% en peso de silicato. Una pastilla de para
35 máquina lavavajillas contendrá a menudo más de 20% en peso de silicato. Preferentemente, el silicato está presente en la segunda zona de la pastilla.

Otros ingredientes que pueden ser opcionalmente empleados en una zona de un detergente para el lavado de telas de
40 pastilla de la invención (preferentemente la segunda zona) incluye agentes anti-redepósito como carboximetil celulosa de sodio, polivinilpirrolidona de cadena lineal y los éteres de celulosa como metil-celulosa y etil hidroxietil-celulosa, agentes suavizantes de telas; secuestrantes de metales pesados, como EDTA; perfumes; y colorantes o partículas coloreadas.

Otros ingredientes que pueden ser opcionalmente usados en las pastillas de la invención, preferentemente en la
45 segunda zona, son adyuvantes de dispersión. Ejemplos de ayudantes de dispersión adecuados son polímeros hinchables en agua (por ejemplo, SCMC), materiales altamente solubles (por ejemplo, citrato de sodio, carbonato de potasio o acetato de sodio) o tripolifosfato de sodio preferentemente con al menos 40% en la forma de fase I anhidra.

Tamaño y distribución de partículas

50 La segunda zona de una pastilla de detergente de esta invención es preferentemente una matriz de partículas compactadas.

Preferentemente, la composición en forma de partículas tiene un tamaño medio de partículas en el intervalo de 200
55 a 2000 μm , más preferentemente de 250 a 1400 μm . Las partículas finas, más pequeñas que 180 μm o 200 μm pueden ser eliminadas por tamizado antes de la formación de las pastillas, si se desea, aunque se ha observado que esto no siempre es esencial.

Aunque la composición en forma de partículas de partida puede tener en principio cualquier densidad aparente,
60 la presente invención es especialmente relevante para pastillas preparadas 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 más pequeña.

65 Por tanto, la composición en forma de partículas de partida puede tener adecuadamente una densidad aparente de al menos 400 g/litro, preferentemente al menos 500 g/litro y quizás al menos 600 g/litro.

ES 2 301 755 T3

La maquinaria de formación de pastillas capaz de llevar a cabo la elaboración de pastillas de la invención es conocida, por ejemplo, están disponibles prensas de pastillas adecuadas en la empresa Fette y en la empresa Korch.

La formación de las pastillas se puede llevar a cabo a temperatura ambiente o a una temperatura por encima de la ambiente que pueda permitir que se consiga una resistencia adecuada con menor presión aplicada durante la compactación. Con el fin de llevar a cabo la formación de las pastillas a una temperatura que esté por encima de la ambiente, la composición en forma de partículas es suministrada preferentemente a la maquinaria de formación de pastillas a una temperatura elevada. Naturalmente esto suministrará calor a la maquinaria de formación de las pastillas, pero la maquinaria puede ser calentada también de alguna otra forma.

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 de lavado de telas o lavavajillas o un parte fraccionada de esta dosis. Las pastillas pueden tener cualquier forma. Sin embargo, para mayor facilidad de envasado, son preferentemente bloques de sección transversal sustancialmente uniforme, como cilindros o cuboides. La densidad global de una pastilla se sitúa preferentemente en un intervalo de 1040 a 1050 g/litro hasta 1600 g/litro.

Ejemplo 1

Se preparó una mezcla mezclando un tensioactivo aniónico (LAS, dobanic acis 103 de la empresa Chemproha) con un tensioactivo no iónico (Iutensol 7EO de la empresa BASF) a una temperatura de 75 a 80°C en las relaciones indicadas con posterioridad. Las mezclas posteriormente se neutralizan a un pH de 6 usando una solución al 50% de NaOH en agua.

La mezcla se mezcló manualmente con gránulos de urea (de la empresa Kemira) en las cantidades indicadas con posterioridad.

Como una comparación se preparó una mezcla mezclando 7 partes en peso de un tensioactivo aniónico (LAS dobanic acid 103 de la empresa Chemproha), con 6 partes en peso de tensioactivo no iónico (Iutensol 7EO de la empresa BASF) a una temperatura de 75 a 80°C. La mezcla se neutraliza posteriormente a pH 6 usando una solución al 50% de NaOH en agua y se añade jabón al 5% (pristerene C4916 de la empresa Uniqema).

Se prepararon pastillas de limpieza de 5 g cada una excluyendo pastillas con un diámetro de 20 mm y una altura de aproximadamente 15 mm.

Las propiedades de disolución de las muestras se midieron en un recipiente de 600 ml que contenía 500 ml de agua a 20°C. Una pastilla de limpieza fue añadida al agua y agitada a una velocidad de 200 revoluciones por minuto. El peso residual de las muestras se midió a intervalos de 5 minutos y el P90 (tiempo en el que se solubilizaba un 90% en peso de las muestras) se determinó representando gráficamente el peso de la muestra frente al tiempo.

Se obtuvieron los siguientes resultados:

Relación en peso de aniónico: no iónico	Relación en peso de tensioactivo a urea	P90 (en minutos)
7:6	1:1	9 a 10
7:6	3:5	6 a 7
4:9	1:1	10 a 11
4:9	3:5	10 a 11
7:6	1:2	4 a 5
7:6	Comparación: jabón al 5%	21 a 22

Ejemplo II

Pastillas de fases múltiples

Se preparó un polvo de detergente de la siguiente composición granulando previamente los ingredientes de los gránulos seguido de una dosificación posterior del resto de los ingredientes

ES 2 301 755 T3

<i>Ingrediente</i>	<i>Partes en peso</i>
Gránulos	
Na-Las	1,1
No iónico 7EO	0,5
Jabón de C12	0,1
NaAc · 3 H ₂ O	0,3
Zeolita A24	2,4
Sosa ligera	0,4
Humedad/componentes menores	0,4
Dosis posterior	
EAG (silicona al 17%)	3,0
Agente de contraste (15%)	2,2
STP	62,4
Disilicato de Na (80%)	3,8
TAED (83%)	4,3
Percarbonato	16,9
Dequest 2047	1,9
Componentes menores/enzimas/colorantes	hasta 100

Se prepararon partes blandas y semi-sólidas de 5 gramos cada una de la siguiente composición, moldeando la composición a 80°C en moldes seguidos de enfriamiento a 20°C para formar partes blandas semi-sólidas de aproximadamente 32 mm de diámetro y 6 mm de altura:

<i>Ingrediente</i>	<i>II A; partes en peso</i>	<i>II B; partes en peso</i>
Na Ias	7	7
No iónico	6	6
Urea	13	-
Acetato de Na	-	13
3H ₂ O		

El Na LAS es dobanic acid 103 de la empresa Chemproha, el tensioactivo no iónico es Iutensol 7EO de la empresa BASF. El acetato de Na 3H₂O tiene un peso molecular de 82 (excluida el agua de cristalización) y la urea tiene un peso molecular de 60.

Las pastillas se prepararon de 2 formas diferentes:

(I) Se insertan 20 gramos del polvo en una matriz de 45 mm de una máquina de formación de pastillas, seguido opcionalmente de una etapa de alisamiento y seguido de la adición de una única parte blanda semi-sólida en la parte

ES 2 301 755 T3

superior del lecho de polvo. Después de la adición del semi-sólido blando en el lecho de polvos o polvo alisado, el material en su conjunto es comprimido a 30 kN en una única pastilla, seguido de la expulsión de la pastilla. Esto da lugar a una pastilla con una parte blanda semi-sólida incrustada en la pastilla de limpieza. La densidad de la zona de polvos es 1,5 kg/litro, la densidad de la parte blanda semi-sólida es 1,0 kg/litro. La altura de la parte blanda semi-sólida después de la compresión es de 3,4 mm y la parte de polvos es de 11 mm.

(II) Otra forma de preparar una pastilla con una parte blanda semi-sólida es poner una única parte blanda semi-sólida como anteriormente sobre 20 gramos de la composición de polvos (opcionalmente pre-comprimida a 4 kN) en una matriz de 45 mm de diámetro seguido de una etapa final de compresión a 30 kN. Durante la etapa final de compresión, la parte blanda semi-sólida fluye por las fuerzas de compactación para formar una capa blanda semi-sólida de 3,4 mm adherida a la parte superior de la capa en forma de partículas. La densidad de la zona de polvos es de 1,5 kg/litro, la densidad de parte blanda semi-sólida es 1,0 kg/litro. La altura de la parte de polvos después de la compresión es de 11 mm.

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

ES 2 301 755 T3

REIVINDICACIONES

1. Una pastilla de limpieza, que comprende una fase blanda en la que la fase blanda comprende:

5 (a) de 25 a 90% en peso de tensioactivos; y

(b) de 10 a 90% en peso de un material orgánico que tiene un peso molecular de menos de 500, y en el que el material orgánico se selecciona entre urea o lactatos o acetatos solubles en agua o sus combinaciones y

10 (c) de 0 a 5% en peso de agua.

2. Una pastilla de limpieza según la reivindicación 1, en la que el material orgánico es soluble en agua, teniendo por ejemplo una solubilidad en agua a 20°C de más de 10 g/l, más preferentemente más de 100 g/l.

15 3. Una pastilla de limpieza según la reivindicación 1, en la que el material orgánico es sólido a temperatura ambiente.

20 4. Una pastilla de limpieza según la reivindicación 1, en la que el material orgánico tiene un peso molecular de 50 a 150.

5. Una pastilla de limpieza según la reivindicación 1, en la que el material orgánico es urea o acetato de sodio o acetato de potasio.

25 6. Una pastilla de limpieza según la reivindicación 1, en la que la fase blanda comprende 30 a 70% en peso de tensioactivos.

7. Una pastilla de limpieza según la reivindicación 1, que es una pastilla de fases múltiples en la que al menos una de las fases es una fase blanda según la reivindicación 1.

30 8. Uso de una pastilla de limpieza según una o más de las reivindicaciones anteriores para el lavado de telas.

35

40

45

50

55

60

65

Fig.1a.

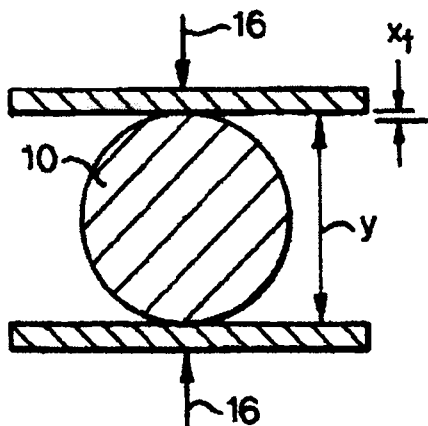


Fig.1b.

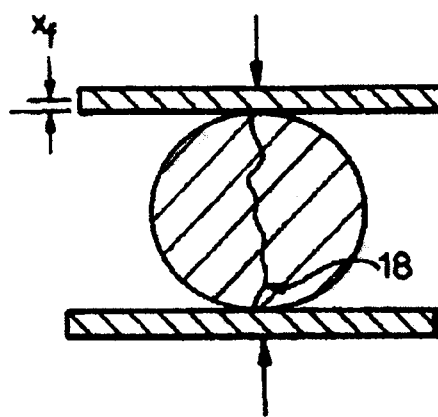


Fig.2.

