



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 293 744**

51 Int. Cl.:

C11D 3/39 (2006.01)

C11D 3/20 (2006.01)

C11D 1/72 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **99965439 .5**

86 Fecha de presentación : **04.12.1999**

87 Número de publicación de la solicitud: **1141212**

87 Fecha de publicación de la solicitud: **10.10.2001**

54 Título: **Agente de lavado en forma de pasta.**

30 Prioridad: **15.12.1998 DE 198 57 687**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
16.03.2008

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
16.03.2008

73 Titular/es: **ECOLAB Inc.**
370 Wabasha Street N.
St. Paul, Minnesota 55102-1390, US

72 Inventor/es: **Shamayeli, Khalil;**
Merz, Thomas;
Köppelmann, Edgar y
Furitsch, Heinrich, Peter

74 Agente: **Ibáñez González, José Francisco**

ES 2 293 744 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).

DESCRIPCIÓN

Agente de lavado en forma de pasta.

5 La presente invención se refiere a detergentes en forma de pasta destinados a utilizarse en lavadoras industriales; a un procedimiento para su elaboración; y a un procedimiento de lavado desinfectante para lavadoras industriales.

10 Los detergentes utilizados en el hogar están adaptados a los requisitos domésticos. Por tanto, son normalmente polvo o suficientemente líquidos para librarlos de los problemas de vertido y dosificación. Dado que también se espera que los detergentes líquidos sean estables durante el almacenamiento en un rango de temperaturas relativamente amplio, se añaden frecuentemente disolventes orgánicos y/o hidrotropos aunque estos por sí mismos no contribuyen al resultado del lavado o limpieza y, por esta razón, no son deseables. Una forma de evitar los posibles problemas de dosificación con detergentes insuficientemente líquidos se propone en la solicitud de patente europea EP253151 A2. Este documento describe detergentes líquidos y, en algunos casos, altamente viscosos, basados en tensioactivos no iónicos y aniónicos que contienen polietileno glicol como hidrotropo y que no precisan ser dosificados en forma líquida por el usuario, sino que en su lugar están envasados en porciones en bolsas de material hidrosoluble, por ejemplo alcohol polivinilo.

20 El detergente en forma de pasta descrito en la patente europea EP295525 B1 consta de una fase líquida de tensioactivo no fónico que es líquido a temperaturas por debajo de 10°C y -dispersada internamente- una fase sólida con un cierto tamaño de partícula que comprende los álcalis de lavado, agentes secuestrantes y opcionalmente tensioactivos aniónicos. Los tensioactivos o mezclas de tensioactivos utilizados deben presentar un punto de vertido (punto de solidificación) por debajo de 5°C para evitar la solidificación de la pasta a bajas temperaturas de transporte y almacenamiento. Esta pasta detergente está destinada a lavadoras industriales y presenta tan buenas propiedades de flujo que puede ser bombeada a través de una tubería de succión mediante una bomba convencional de suministro. Sin embargo, se ha hallado que las pastas del tipo en cuestión no son siempre capaces de garantizar satisfactoriamente la homogeneidad de sus ingredientes durante el proceso de producción y tienden con frecuencia a separarse, incluso durante el almacenamiento. Esta separación implica no sólo la propia de ingredientes sólidos y líquidos, sino también la separación de fase de los ingredientes líquidos.

30 Otro detergente en forma de pasta que contiene como tensioactivo no iónico desde 40% a 70% en peso de alcohol graso etoxilado con 10-20 átomos de carbono -líquido a temperatura ambiente- con un grado medio de etoxilación de 1 a 8, 20% a 50% en peso de alcoholes grasos etoxilados y propoxilados con 10-20 átomos de carbono -líquido a temperatura ambiente- con un grado medio de etoxilación de 2 a 8 y un grado medio de propoxilación de 1 a 6 y 1% a 10% en peso de jabón, está descrito en la solicitud de patente internacional WO95/09229. Este detergente en forma de pasta es tan pseudoplástico que no fluye bajo el efecto de la gravedad a temperatura ambiente, pero adopta una diferente viscosidad más baja al ser cizallado y entonces fluye bajo el efecto de la gravedad. Este detergente en forma de pasta es preferiblemente dosificado mediante cizallamiento para reducir su viscosidad y luego puede dosificarse el producto fluente utilizando bombas de alimentación.

40 La solicitud de patente internacional WO98/10049 describe un detergente en forma de pasta destinado a utilizarse en lavadoras industriales que contiene un tensioactivo no iónico, un coadyuvante orgánico y/o inorgánico, un agente alcalinizante y opcionalmente un agente de blanqueo, un enzima, un polímero inhibidor de redeposición y/o otros ingredientes típicos, caracterizado porque contiene 5 a 30% en peso de un alcohol etoxilado correspondiente a la fórmula general $R^1-(OC_2H_4)_m-OH$ (I), en la cual R^1 es un grupo alquilo o alquenilo que contiene 9 a 15 átomos de carbono y el grado medio de etoxilación "m" puede adoptar valores de 1 a 8, 1% hasta 20% en peso de un alcohol etoxilado correspondiente a la fórmula general $R^2-(OC_2H_4)_n-OH$ (II), en la cual R^2 es un grupo alquilo o alquenilo que contiene 12 a 22 átomos de carbono y el grado medio de etoxilación "n" puede adoptar valores de 3 a 14, con la condición de que "n" es mayor que "m" en al menos 1,0, desde 20% hasta 80% en peso de agente alcalinizante, más particularmente metasilicato alcalino, 1% en peso a 20% en peso de cadena media hasta cadena larga de éter alcohólico o alquílico correspondiente a la fórmula general R^3-O-R^4 (III), en la cual R^3 es un grupo alquilo o alquenilo que contiene 6 a 22 átomos de carbono y, más particularmente, 8 a 22 átomos de carbono, y R^4 es hidrógeno o un grupo alquilo que contiene 1 a 6 átomos de carbono, hasta 15% en peso de coadyuvante orgánico del tipo policarboxilato polimérico. En este contexto, por policarboxilatos poliméricos se entienden los productos de polimerización de ácidos insaturados mono y/o dicarboxílicos que, aparte de los grupos carboxilo, no presentan otras funciones.

60 Los procedimientos industriales de lavado difieren del lavado doméstico, entre otros factores, en el hecho de que, aunque también se acumulan diferentes tipos de tejidos y están ensuciados en diferente grado, la carga de lavado que se recibe simultáneamente precisa en gran medida de la misma tarea de lavado, lo que autoriza una técnica de lavado especialmente adaptada al problema de limpieza en particular. Sin embargo, existe una mayor demanda de procedimientos de limpieza de alto rendimiento en lavadoras industriales que en las domésticas, ya que puede acumularse material a lavar muy sucio e infectado en lavanderías de hospitales. Para mantener el consumo de detergente tan bajo como sea posible, las lavadoras industriales utilizan agua libre casi exclusivamente de iones duros para el lavado. Una ilustración detallada puede encontrarse en el artículo de H. Krußmann y H. G. Hloch titulado "*Waschverfahren in der Gewerblichen Wascherei*"; *Tenside Surfactants Detergents* 24 (1987), 341-349 y la literatura que se cita.

65 Los detergentes conocidos por los documentos antes citados poseen una alta capacidad limpiadora y son particularmente adecuados para el lavado industrial de coladas sucias. Sin embargo, en los casos en que se acumula colada

ES 2 293 744 T3

contaminada con microorganismos, posiblemente incluso microorganismos patogénicos, son incapaces de afrontar la necesidad de desinfección simultánea de forma que con ellos deben utilizarse preparaciones desinfectantes.

Por lo tanto, existía necesidad de un detergente de composición simple que combinara una alta capacidad de limpieza con un efecto desinfectante cuando se utiliza en el ciclo de lavado de máquinas industriales de lavado convencionales.

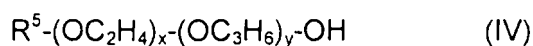
El objeto de la presente invención que satisface dicha necesidad es un detergente en forma de pasta destinado a utilizarse en lavadoras industriales, según la reivindicación 1.

Además, sorprendentemente, a pesar de la ausencia de agentes de blanqueo, por ejemplo compuestos precursores que forman ácidos percarboxílicos bajo condiciones de perhidrólisis, tales como ésteres y amidas, se obtiene un detergente con un efecto desinfectante.

Otro objetivo de la invención es un procedimiento para el lavado y desinfección de colada en lavadoras industriales utilizando un detergente en forma de pasta correspondiente. El detergente se utiliza preferiblemente en el programa de lavado a 60°C, por ejemplo a una temperatura de lavado de 60°C aproximadamente. En una realización preferible del procedimiento según la invención, no todos los ingredientes del detergente en forma de pasta de acuerdo con la invención necesitan ser utilizados juntos en una pasta detergente, sino que uno o más de los ingredientes, particularmente el compuesto perácido inorgánico, pueden utilizarse separadamente, en cuyo caso se utiliza adicionalmente un detergente en forma de pasta correspondiente a un detergente según la invención a excepción de el (los) ingrediente(s) omitido(s). En esta particular realización es posible, cuando se utiliza una instalación de cámara de lavado múltiple, introducir por separado el ingrediente empleado, particularmente el compuesto perácido inorgánico, en la misma cámara u otra diferente que el detergente en forma de pasta. El término "por separado" antes utilizado quiere describir simplemente la propiedad "separadamente del detergente en forma de pasta", esto es que el ingrediente a introducirse por separado también puede utilizarse en combinación o mezclado con otros ingredientes típicos de un detergente que no interactúan desfavorablemente con éste.

La fase líquida del detergente en forma de pasta de acuerdo con la invención está esencialmente formada por tensioactivos no iónicos. Un detergente según la invención contiene 32% en peso a 55% en peso y preferiblemente 35% en peso a 50% en peso de tensioactivo no iónico en forma de uno o más alcoholes etoxilados y/o propoxilados, preferiblemente aquellos correspondientes a la anterior fórmula I o II. Las mezclas de estos tensioactivos no iónicos son particularmente preferibles. Los alcoholes o éteres correspondientes a la anterior fórmula III y opcionalmente tensioactivos adicionales correspondientes a la fórmula general IV,

35



en la cual R⁵ que es un grupo alquilo o alquenilo que contiene 9 a 15 átomos de carbono, y más particularmente 12 a 15 átomos de carbono, y el grado medio de etoxilación "x" puede adoptar un valor de 3 a 7 y el grado medio de propoxilación "y" un valor de 2 a 8, también puede estar presente en detergentes de acuerdo con la invención. La viscosidad del detergente según la invención puede ajustarse combinando alcoholes etoxilados correspondientes a las fórmulas I y II. En los compuestos correspondientes a las fórmulas I, II y IV, los sustituyentes R¹, R² y R⁵ pueden ser lineales o ramificados, por ejemplo ramificados metilo en la posición 2, siendo preferibles cadenas lineales que contienen funciones alcohol primarias eterificadas. El tensioactivo no iónico correspondiente a la fórmula I presenta preferiblemente una longitud de cadena de carbono de 8 a 14 átomos de carbono, más particularmente, 12 a 14 átomos de carbono y un grado medio de etoxilación "m" de 1 a 8 y, en particular, 1 a 5. El tensioactivo no iónico correspondiente a la fórmula II presenta una distribución más amplia de longitud de cadena de carbono hacia cadenas con 12 a 22, preferiblemente 12 a 18 y más preferiblemente 16 a 18 átomos de carbono y un mayor grado medio de etoxilación "n" de 3 a 14 y, más particularmente, 6 a 12. Los alcoholes etoxilados correspondientes a la fórmula I y los alcoholes etoxilados correspondientes a la fórmula II están presentes preferiblemente en proporciones en peso de 2:1 hasta 1:1,8. El detergente de acuerdo con la invención puede contener otros tensioactivos no iónicos típicamente utilizados en detergentes, tales como, por ejemplo, alquil-poliglicósidos y/o polihidroxiamidas de ácido graso. Sin embargo, el componente tensioactivo está libre preferiblemente de alcoholes que han sido solamente propoxilados.

En lo que se refiere al sustituyente R³, las definiciones anteriores de los sustituyentes R¹ y R² se aplican en gran medida a los alcoholes o éteres correspondientes a la fórmula general III, lo que contribuye a una estabilidad térmica particularmente favorable de los detergentes según la invención, que son responsables de la ausencia sustancial de espuma y de la reducción del depósito de tensioactivo en la colada lavada y que contribuye adicionalmente a la eficacia del lavado. Además de hidrógeno, R⁴ es preferiblemente un grupo metilo, etilo, propilo o butilo, siendo particularmente preferibles hidrógeno y el grupo metilo, más especialmente hidrógeno. En una realización preferible de la invención, los detergentes contienen hasta 15% en peso y preferiblemente desde 2% en peso a 10% en peso de compuestos correspondientes a la fórmula general III.

Los ácidos grasos o sus sales alcalinas, los denominados jabones, o mezclas de ácidos grasos y jabones están presentes en los detergentes según la invención en cantidades de preferiblemente 0,75% en peso a 2,5% en peso y más preferiblemente 1% en peso a 2% en peso. Los jabones adecuados son, en particular, las sales alcalinas de ácidos

ES 2 293 744 T3

grasos saturados y/o insaturados C₁₂₋₁₈, por ejemplo ácido graso de aceite de coco, ácido graso de aceite de semilla de palma o ácido graso de sebo; también pueden utilizarse los correspondientes ácidos como tales. Es particularmente preferible utilizar una mezcla de ácido carboxílico opcionalmente saponificada -con base en el total de la mezcla de ácido carboxílico- de 2% en peso a 8% en peso de ácido carboxílico C₁₄₋, hasta 1% en peso de ácido carboxílico C₁₅₋, 18% en peso a 24% en peso de ácido carboxílico C₁₆₋, hasta 3% en peso de ácido carboxílico C₁₇₋, 20% en peso a 42% en peso de ácido carboxílico C₁₈₋ y 30% en peso a 44% en peso de ácido carboxílico C₂₀₋₂₂. En las mezclas ácido graso/jabón, la proporción en peso de ácido graso y sal alcalina de ácido graso se encuentra preferiblemente en el intervalo de 1:99 a 50:50 y más preferiblemente en el intervalo de 5:95 a 25:75.

El detergente puede contener opcionalmente como otros tensioactivos hasta 10% en peso, preferiblemente hasta 5% en peso y, más preferiblemente, desde 0,5 a 3% en peso de tensioactivos aniónicos sintéticos seleccionados en particular a partir de alquil-bencenosulfonatos, sulfatos alquilo o alquenilo y/o éter sulfatos. Los tensioactivos aniónicos sintéticos adecuados, que se incorporan en el detergente de acuerdo con la invención preferiblemente en forma sólida, partículas finas y sustancialmente libres de agua, incluyen en particular aquellos del tipo sulfonato o sulfato que están normalmente presentes como sales alcalinas y preferiblemente como sales sódicas. Sin embargo, los tensioactivos antes mencionados, en particular del tipo sulfonato, también pueden utilizarse en forma de sus ácidos libres. Además de alquil-bencenosulfonatos C₉₋₁₃, los tensioactivos aniónicos adecuados del tipo sulfonato son alcanos sulfonatos lineales que contienen 11 a 15 átomos de carbono que pueden obtenerse por sulfocloración o sulfoxidación de alcanos y posterior saponificación o neutralización, sales de sulfo-ácidos grasos y sus ésteres, que se derivan de ácidos grasos sulfonados saturados C₁₂₋₁₈, en particular en la posición-a, y alcoholes inferiores, tales como metanol, etanol y propanol, y olefinas sulfonadas que se forman, por ejemplo, por sulfonación de olefinas terminales C₁₂₋₁₈ y posterior hidrólisis alcalina. Los tensioactivos adecuados del tipo sulfato son, en particular, preferiblemente alquil-sulfatos primarios con cadenas alquílicas lineales que contienen 10 a 20 átomos de carbono que presentan un ión alcalino, amonio o amonio sustituido por alquilo o hidroxialquilo como contracatión. Son particularmente adecuados los derivados de alcoholes lineales y sus análogos que contienen en particular 12 a 18 átomos de carbono y cadena ramificada, denominados oxoalcoholes. Por tanto, los productos de sulfatación de alcoholes grasos primarios con grupos lineales dodecilo, tetradecilo u octadecilo y sus mezclas son particularmente adecuados. En particular son preferibles alquil-sulfatos que contienen un grupo alquilo graso, por ejemplo mezclas que contienen esencialmente grupos hexadecilo y octadecilo. Los alquil-sulfatos pueden prepararse en forma conocida por reacción del correspondiente componente alcohol con un agente sulfatante típico, más particularmente sulfuro trióxido o ácido clorosulfónico, y posterior neutralización con bases alcalinas, de amonio o amónicas alquil o hidroxialquil sustituidas. Además, los productos de alcoxilación sulfatada de dichos alcoholes, denominados éter sulfatos, pueden estar presentes en los detergentes. Tales éter sulfatos contienen preferiblemente 2 a 30 y, más particularmente, 4 a 10 grupos etileno glicol por molécula.

La fase sólida del detergente según la invención está esencialmente formada por agentes alcalinizantes, aunque otros auxiliares en particular los compuestos perácidos inorgánicos y los coadyuvantes, pueden estar presentes opcionalmente. La fase sólida debería estar dispersada homogéneamente en la fase tensioactiva líquida. Los ingredientes del detergente en forma de pasta presentes como fase sólida deberían ser materiales finamente particulados y presentar un tamaño medio de partícula de 5 μm a 200 μm , siendo como máximo 15% de las partículas mayores de 200 μm en tamaño. Sorprendentemente, es posible incorporar en los detergentes en forma de pasta de acuerdo con la invención partículas sólidas relativamente gruesas, por ejemplo aquellas en las que del 20% al 50% son mayores de 100 μm en tamaño, sin desventaja alguna. El tamaño medio de partícula de las partículas que forman la fase sólida es preferiblemente 10 μm a 80 μm y más preferiblemente 10 μm a 60 μm , estando el tamaño máximo de partícula por debajo de 300 μm y, más particularmente, por debajo de 250 μm . En una realización preferible, el 90% en peso de los ingredientes sólidos en forma de polvo son menores de 200 μm en tamaño y, más particularmente, menores de 150 μm en tamaño. El tamaño medio de partícula puede determinarse por métodos conocidos (por ejemplo por difracción láser o Coulter Counter).

Los agentes alcalinizantes presentes como un componente adicional también se denominan frecuentemente álcalis de lavado. En su mayor parte están asignados a la fase sólida. Bajo las condiciones en que se utilizan los detergentes según la invención, proporcionan un valor de pH en el intervalo alcalino que es normalmente de 9,5 a 11,5 y más particularmente, desde 10 a 11 (medido en una solución al 1% en peso del detergente en agua intercambiada iónicamente). El agente alcalinizante preferible es un carbonato alcalino, el cual también puede utilizarse mezclado con hidrógeno-carbonato alcalino. Los metasilicatos alcalinos en cuanto que potentes agentes alcalinizantes no están presentes en los detergentes en forma de pasta de acuerdo con la invención. Los detergentes generalmente contienen 20% en peso a 80% en peso, preferiblemente 30% en peso a 70% en peso, y más preferiblemente 40% en peso a 60% en peso de agente alcalinizante. Si la presencia de fosfato es ecológicamente aceptable en el empleo de los detergentes según la invención (por ejemplo cuando las aguas residuales se someten a tratamiento de eliminación de fosfato), pueden estar opcionalmente presentes fosfatos alcalinos poliméricos, tales como tripolifosfato sódico, en los detergentes en forma de pasta de acuerdo con la invención. Su contenido en porcentaje es preferiblemente hasta 70% en peso y más preferiblemente desde 15% en peso a 40% en peso, basándose en el detergente en su conjunto, reduciéndose en la medida precisa el contenido en porcentaje de otro sólido, por ejemplo el carbonato alcalino y/o aluminosilicato presente opcionalmente. En una realización preferible, los detergentes según la invención contienen 5% en peso a 15% en peso, y más particularmente 6% en peso a 10% en peso de carbonato alcalino y/o hidrógeno-carbonato alcalino.

Un detergente de acuerdo con la invención contiene como coadyuvante orgánico ácido cítrico, citrato alcalino o sus mezclas. También son adecuados otros ácidos policarboxílicos monoméricos y ácidos hidroxicarboxílicos, tales como ácido glucónico y sus sales, y también típicos coadyuvantes o agentes complejantes de la clase de los ácidos aminopo-

licarboxílicos y ácidos polifosfónicos. Los ácidos aminopolicarboxílicos incluyen ácido nitrilotriacético, ácido etileno diamina tetraacético, ácido dietileno triamina pentaacético y sus homólogos más altos, utilizándose preferiblemente ácido N,N-bis-(carboximetil)-aspártico. Los ácidos polifosfónicos adecuados son ácido 1-hidroxietano-1,1-difosfónico, ácido aminotri(metilenofosfónico), ácido etilendiaminotetra(metilenofosfónico) y sus homólogos más altos, tal como, por ejemplo, ácido dietilenotetraminotetra-(metilenofosfónico). Los ácidos antes mencionados son normalmente utilizados en forma de sus sales alcalinas, particularmente sus sales sódicas y potásicas. Otros coadyuvantes adecuados incluyen ácidos carboxílicos homopoliméricos y/o copoliméricos y sus sales alcalinas, siendo preferibles las sales sódicas o potásicas en particular. Los coadyuvantes de este tipo que se han mostrado particularmente adecuados son carboxilatos poliméricos y ácidos carboxílicos poliméricos con un peso molecular relativo de al menos 350 en forma de sus sales hidrosolubles, más particularmente sus sales sódicas y/o potásicas, tales como los polisacáridos oxidizados según la solicitud de patente internacional WO 93/08251, poliácridatos, polimetacrilatos, polimalleatos y, en particular, copolímeros de ácido acrílico con ácido o anhídrido maleico, preferiblemente aquellos de 50% a 70% ácido acrílico y 50% a 10% ácido maleico que están caracterizados, por ejemplo, en la patente europea EP 022551. El peso molecular relativo de los homopolímeros está generalmente entre 1.000 y 100.000 mientras que el peso molecular relativo de los copolímeros está entre 2.000 y 200.000 y preferiblemente entre 50.000 y 120.000, con base en el ácido libre. Un copolímero ácido acrílico/ácido maleico particularmente preferible posee un peso molecular relativo de 50.000 a 100.000. Compuestos de esta clase, adecuados pero menos preferibles, son copolímeros de ácido acrílico o ácido metacrílico con éteres vinilo, tales como vinil metil éteres, ésteres vinilo, etileno, propileno y estireno, en los cuales el ácido forma al menos 50% en peso. Otros coadyuvantes orgánicos hidrosolubles adecuados son terpolímeros que contienen dos ácidos insaturados y/o sus sales como monómeros y alcohol vinilo y/o un alcohol vinilo esterificado o un carbohidrato como el tercer monómero. El primer monómero ácido o su sal se deriva de un ácido carboxílico monoetilénicamente insaturado C₃-C₈ y preferiblemente de un ácido monocarboxílico C₃-C₄, más especialmente ácido (met)acrílico. El segundo monómero ácido o su sal puede ser un derivado de un ácido dicarboxílico C₄-C₈, siendo particularmente preferible ácido maleico, y/o un derivado de un ácido alil sulfónico sustituido en la posición 2 por un grupo alquilo o arilo. Los polímeros tales como los anteriores pueden producirse en particular por los métodos descritos en la patente alemana DE 4221381 y la solicitud de patente alemana DE 4300772 y generalmente presentan un peso molecular relativo de 1.000 a 200.000. Otros copolímeros preferibles son los descritos en las solicitudes de patente alemanas DE 4303320 y DE 4417734 que contienen preferiblemente acroleína y ácido acrílico/sales de ácido acrílico o acetato de vinilo como monómeros. Los ácidos carboxílicos poliacetales descritos por ejemplo en las patentes US. 4144226 y US 4146495, que se obtienen por polimerización de ésteres de ácido glicólico, introducción de grupos terminales estables y saponificación hasta las sales sódicas o potásicas, también son adecuados, como lo son los ácidos poliméricos obtenidos por polimerización de acroleína y desproporción del polímero según Canizzaro con álcalis potentes. Estos están esencialmente constituidos por unidades de ácido acrílico y unidades de alcohol vinilo o unidades de acroleína. Un detergente de acuerdo con la invención contiene preferiblemente 8% en peso a 12,5% en peso de citrato y/o ácido cítrico. Además del citrato y/o ácido cítrico, contiene preferiblemente 2% en peso a 12% en peso, y más preferiblemente 5% en peso a 10% en peso de otros coadyuvantes orgánicos en forma de policarboxilato polimérico.

Además del fosfato antes mencionado, los coadyuvantes orgánicos adecuados para utilizarse en los detergentes según la invención son silicatos alcalinos cristalinos y aluminosilicatos alcalinos en partícula fina, más particularmente zeolitas del tipo NaA, X y/o P. Las zeolitas adecuadas presentan normalmente una capacidad de enlace del calcio de 100 a 200 mg CaO/g que puede determinarse de acuerdo con DE 2412837. Su tamaño de partícula está normalmente en el intervalo de 1 µm a 10 µm y se utilizan en forma seca. En este caso, el agua presente en forma combinada en las zeolitas no es problemática. Los silicatos cristalinos preferibles, que pueden estar presentes como tales o junto con los mencionados aluminosilicatos, son silicatos laminares cristalinos de fórmula NaMSi_xO_{2+x} · yH₂O, en la que "M" es hidrógeno o sodio, "x" es un número de 1,9 a 4 e "y" es un número de 0 a 20. Los valores preferibles para "x" son 2, 3 y 4. Los silicatos laminares cristalinos de ese tipo están descritos, por ejemplo, en la solicitud de patente europea EP 163 514. Tanto los β- como los δ- disilicatos sódicos Na₂Si₂O₅ · yH₂O son particularmente preferibles, pudiendo obtenerse el β-disilicato sódico, por ejemplo, mediante el procedimiento descrito en la solicitud de patente internacional WO 91/08171. Adecuados silicatos cristalinos están disponibles comercialmente bajo los nombres SKS-6 (fabricante: Hoechst) y Nabion® 15 (fabricante: Rhone-Poulenc). El contenido de coadyuvante inorgánico en la pasta puede ser hasta 35% en peso y es preferiblemente hasta 25% en peso y, más preferiblemente, entre 10% en peso y 25% en peso.

Adicionalmente, el detergente en forma de pasta de acuerdo con la invención puede contener un agente oxidante que contiene oxígeno, en forma de compuestos perácidos inorgánicos, seleccionados preferiblemente dentro del grupo formado por perborato alcalino, percarbonato alcalino y sus mezclas, siendo particularmente importantes el perborato sódico tetrahidrato y perborato sódico monohidrato junto con el percarbonato sódico. Otros agentes oxidantes adecuados son, por ejemplo, persulfatos y peroxipirofosfatos. Los compuestos perácidos inorgánicos pueden estar presentes en los detergentes según la invención en cantidades de, preferiblemente, 20% en peso a 30% en peso y más preferiblemente 22,5% en peso a 27,5% en peso. La potencia desinfectante de los detergentes de acuerdo con la invención a temperaturas alrededor de 60°C se desarrolla sin la presencia de promotores de blanqueo, de forma que los detergentes según la invención están normalmente libres de promotores de blanqueo, los cuales típicamente mejoran el poder oxidante de dichos agentes oxidantes.

Además, un detergente de acuerdo con la invención puede contener otros auxiliares de lavado que están normalmente presentes en cantidades de hasta aproximadamente 15% en peso, con base en el detergente en conjunto. Los ejemplos de tales auxiliares de lavado incluyen enzimas, inhibidores de redeposición, agentes liberadores de suciedad,

ES 2 293 744 T3

5 inhibidores de desteñido, tales como homopolímeros y/o copolímeros de vinil pirrolidona y/o vinil imidazol, abrillantadores ópticos, reguladores de espuma y/o tintes y perfumes. Cuando están presentes perfumes, que son generalmente líquidos, se mezclan en la fase líquida de los detergentes según la invención. Sin embargo, por razón de las pequeñas cantidades en que se utilizan, no poseen influencia significativa en el comportamiento en cuanto a flujo de las pastas.

10 Los detergentes en forma de pasta de acuerdo con la invención están sustancialmente libres de agua preferiblemente. Por "sustancialmente libres de agua" se indica un estado en el cual el contenido de agua libre, es decir, agua que no está presente en forma de agua de hidratación y agua de constitución, es de hasta 5% en peso y preferiblemente por debajo de 3% en peso. Es importante señalar que, a pesar de la presencia del agente de blanqueo que contiene perácido, son completamente posibles mayores contenidos de agua que en los habituales detergentes en forma de pasta sustancialmente libres de agua. Los disolventes orgánicos, que incluyen alcoholes de bajo peso molecular y baja ebullición, y alcoholes éter normalmente utilizados en concentrados líquidos, así como compuestos hidrotropicos, pueden estar opcionalmente presentes en cantidades de hasta 6% en peso, pero preferiblemente están ausentes.

15 Los enzimas opcionalmente presentes en los detergentes según la invención incluyen, en particular, los enzimas de la clase de las proteasas, lipasas, cutinasas, amilasas, pululaninas, xilanasas, hemicelulasas, celulasas, peroxidasas y oxidasas y sus mezclas, siendo particularmente preferible el empleo de proteasa, amilasa, lipasa y/o celulasa. El contenido en porcentaje de enzimas es preferiblemente de 0,2% en peso a 1,5% en peso y más preferiblemente desde 0,5% en peso a 1% en peso. Los enzimas pueden estar adsorbidos en soportes y/o encapsulados en materiales membranosos en la forma usual, o pueden incorporarse en las pastas como formulaciones líquidas concentradas libres de agua. Se conocen proteasas adecuadas, por ejemplo, a partir de las solicitudes de patente internacional WO 91/02792, WO 92/21760, WO 93/05134, WO 93/07276, WO 93/18140, WO 93/24623, WO 94/02618, WO 94/23053, WO 94/25579, WO 94/25583, WO 95/02044, WO 95/05477, WO 95/07350, WO 95/10592, WO 95/10615, WO 95/20039, WO 95/20663, WO 95/23211, WO 95/27049, WO 95/30010, WO 95/30011, WO 95/30743 y WO 95/34627. Se utilizan preferiblemente enzimas estabilizados frente a ataques oxidativos, por ejemplo las proteasas y amilasas conocidas con las marcas comerciales Durazym[®] o Purafect[®] OxP, y Duramyl[®] o Purafect[®] OxAm.

20 Los inhibidores de redeposición y agentes liberadores de suciedad adecuados son éteres de celulosa, tales como carboximetil celulosa, metil celulosa, hidroxialquil-celulosas y mezcla de éteres de celulosa, tal como metil hidroxietil celulosa, metil hidroxipropil celulosa y metil carboximetil celulosa. La carboximetil celulosa sódica y sus mezclas con metil celulosa se utilizan preferiblemente. Los agentes liberadores de suciedad utilizados normalmente incluyen copoliésteres que contienen unidades de ácido dicarboxílico, unidades alquileo glicol y unidades polialquileo. Los copoliésteres liberadores de suciedad del tipo mencionado y su empleo en detergentes se ha conocido desde hace algún tiempo. Por ejemplo, DE 1617141 describe un procedimiento de lavado que utiliza copolímeros polietileno tereftalato y/o polioxietileno glicol. La descripción de la patente alemana DE 2200911 se refiere a detergentes que contienen tensioactivo no iónico y un copolímero de polioxietileno glicol y polietileno tereftalato. En la descripción de la patente alemana DE 2253063 se mencionan acabados textiles acídicos que contienen un copolímero de un ácido carboxílico dibásico y un poliglicol alquileo o cicloalquileo y opcionalmente un glicol alquileo o cicloalquileo. La patente europea EP 066944 se refiere a composiciones para tratamientos textiles que contienen un copoliéster de etileno glicol, polietileno glicol, ácido dicarboxílico aromático y ácido dicarboxílico aromático sulfonado en determinadas relaciones molares. Por la patente europea EP 185427 se conocen poliésteres de extremo rematado en metil- o etil- que contienen unidades etileno tereftalato y/o propileno y óxido polietileno tereftalato, y detergentes que contienen tal polímero liberador de suciedad. La patente europea EP 241984 se refiere a un poliéster que contiene unidades etileno sustituidas y unidades glicerol, además de grupos oxietileno y unidades de ácido tereftálico. El contenido en porcentaje de inhibidores de redeposición y/o agentes liberadores de suciedad en detergentes de acuerdo con la invención no es generalmente más del 2% en peso y está preferiblemente entre 0,5% en peso y 1,5% en peso.

30 Los inhibidores de desteñido adecuados para utilizarse en detergentes según la invención incluyen en particular polivinil pirrolidonas, polivinil imidazoles, N-óxidos poliméricos, tal como poli-(vinilpiridina-N-óxido), y copolímeros de vinil pirrolidona y vinil imidazol y sus mezclas. El contenido en porcentaje de inhibidores de desteñido en los detergentes de acuerdo con la invención está preferiblemente entre 0,1% en peso y 2% en peso, y más preferiblemente entre 0,2% en peso y 1% en peso.

35 Los detergentes según la invención pueden contener, por ejemplo, derivados del ácido diaminoestilbeno disulfónico y sus sales alcalinas como abrillantadores ópticos, más particularmente para fibras textiles de celulosa (por ejemplo algodón). Los abrillantadores ópticos adecuados son, por ejemplo, sales del ácido 4,4'-bis-(2-anilino-4-morfolino-1,3,5-triazin-6-il-amino)-estilbeno-2,2'-disulfónico o compuestos de estructura similar que contienen un grupo dietanolamino, un grupo metilamino o un grupo 2-metoxietilamino en lugar del grupo morfolino. Adicionalmente, también pueden estar presentes abrillantadores del tipo dibenzofuranil bifenil ópticamente sustituido o del tipo sustituido opcionalmente 4,4'-distiril difenil, por ejemplo 4,4'-bis-(4-cloro-3-sulfostiril)-difenil. También pueden ser utilizadas mezclas de abrillantadores. Los abrillantadores del tipo 1,3-diaril-2-pirazolina, por ejemplo 1-(p-sulfamoilfenil)-3-(p-clorofenil)-2-pirazolina y compuestos de estructura similar son particularmente adecuados para fibras de poliamida. El contenido en porcentaje de abrillantadores ópticos (o mezclas de abrillantadores ópticos) en el detergente de acuerdo con la invención no es generalmente más del 1% en peso y está preferiblemente entre 0,05% en peso y 0,5% en peso.

ES 2 293 744 T3

Los reguladores de espuma que, por ejemplo, pueden utilizarse en los detergentes según la invención son, por ejemplo, mezclas de polisiloxano y sílice, estando preferiblemente silanizadas las finas partículas de sílice presentes. Los polisiloxanos pueden consistir tanto en compuestos lineales como en resinas polisiloxano entrelazadas y sus mezclas. Otros inhibidores de espuma son hidrocarburos parafina, más particularmente microparafinas y ceras de parafina con puntos de fusión superiores a 40°C, ácidos grasos saturados o jabones que contienen en particular 20 a 22 átomos de carbono, por ejemplo behenato sódico, y sales alcalinas de monoésteres de ácido fosfórico y/o ésteres dialquílicos en los que las cadenas alquilo contienen 12 a 22 átomos de carbono. Entre esos inhibidores de espuma, se utilizan preferiblemente el fosfato monoalquilo sódico y/o el fosfato dialquilo que contienen grupos alquilo C₁₆-C₁₈. El contenido en porcentaje de reguladores de espuma está preferiblemente entre 0,2% en peso y 2% en peso. En muchos casos, no hay necesidad alguna del uso adicional de inhibidores de espuma.

Para incrementar la estabilidad física y química de -en particular- los enzimas presentes opcionalmente, también pueden utilizarse agentes deshidratantes, por ejemplo en forma de sales que enlazan el agua de cristalización, tal como acetato sódico deshidratado, sulfato cálcico, cloruro cálcico, hidróxido sódico, silicato de magnesio, u óxidos metálicos, tales como CaO, MgO, P₄O₁₀ o Al₂O₃. Los agentes deshidratantes como los anteriores, con los cuales el contenido de agua de los detergentes de acuerdo con la invención puede reducirse hasta valores particularmente bajos, están presentes en los detergentes según la invención en cantidades de preferiblemente 1% en peso a 10% en peso y, más preferiblemente, 2% en peso a 8% en peso.

Los detergentes en forma de pasta de acuerdo con la invención se fabrican preferiblemente mediante introducción inicial del o los tensioactivo(s) no iónico(s), añadiendo opcionalmente el alcohol o éter correspondiente a la fórmula III y mezclando opcionalmente el conjunto con la mezcla de sal alcalina de ácido graso y el ácido graso, y opcionalmente el regulador de espuma y el tensioactivo aniónico sintético, para formar una premezcla homogénea. Una premezcla de este tipo es considerablemente estable durante el almacenamiento y fluye a temperaturas en el intervalo de temperatura ambiente hasta 40°C, incluso si los ingredientes de la premezcla no están siempre completamente líquidos o disueltos a dichas temperaturas. Los constituyentes en forma de polvo, incluyendo el ácido cítrico/citrato, del detergente en forma de pasta se añaden a la premezcla así formada, preferiblemente después de calentar a temperaturas de alrededor de 80°C y se dispersan en la premezcla, particularmente mediante agitación, después de lo cual se refrigera opcionalmente a temperaturas de aproximadamente 45° y se añade el compuesto perácido. La mezcla así obtenida se somete entonces preferiblemente a molturación en húmedo, lo que confiere al producto la consistencia y homogeneidad requeridas. Otros ingredientes, más sensibles en particular a la temperatura o molturación, tales como aceites de perfume y enzimas, se añaden entonces y deberían incorporarse uniformemente con tanto cuidado como sea posible para no destruir la estructura de la pasta. Inmediatamente después de su fabricación, los detergentes según la invención son fluidos y bombeables bajo el efecto de fuerzas de cizallamiento y pueden ser así envasados en envases de suministro convencionales.

Un detergente en forma de pasta de acuerdo con la invención presenta una viscosidad a 25°C de 60.000 a 100.000 mPa y, más particularmente, en el intervalo de 70.000 a 90.000 mPa, medida con un viscosímetro rotacional Brookfield (husillo n° 7) a 5 revoluciones por minuto. Tales cifras de viscosidad se extraen después de un tiempo de medida de 3 minutos para dejar obrar cualquier efecto tixotrópico que la pasta pueda presentar. En una realización particular de la invención, el detergente en forma de pasta presenta preferiblemente una viscosidad tal que a temperatura ambiente no fluye bajo el efecto de la gravedad. Entonces es preferible y particularmente tixotrópico y pseudoplástico, es decir, presenta una peculiar viscosidad más baja al cizallamiento y fluye bajo el efecto de la gravedad. En una realización particularmente preferible, la pasta posee una viscosidad aparente de aproximadamente 80.000 a 120.000 mPa a 25°C y una tasa de cizallamiento de 0,0001 s⁻¹, medida con un reómetro CS Bohlin (fabricante: Bohlin) con un sistema de medida placa/placa con intervalo de placa de 4 mm. Un detergente según la invención expuesto a fuerzas de cizallamiento adecuadas, por ejemplo una tasa de cizallamiento de 0,1 s⁻¹ para las que serían, por otra parte, las mismas condiciones de medida, presenta preferiblemente una viscosidad considerablemente más baja, generalmente 100 a 1.000 veces más baja. La reducción en viscosidad frente al cizallamiento es reversible en gran medida, esto es, al eliminar las fuerzas de cizallamiento, el detergente vuelve a su estado físico original sin separarse. Es importante en este sentido recordar el hecho de que las viscosidades mencionadas no son medidas inmediatamente después de la producción de la pasta, sino que son las viscosidades de pastas almacenadas y en equilibrio, por así decirlo, ya que las fuerzas de cizallamiento que actúan durante el proceso de producción tienden a rebajar la viscosidad de la pasta que solo se incrementa gradualmente hasta la viscosidad crítica. Tiempos de almacenamiento de un mes son suficientes generalmente para este fin.

Un detergente de acuerdo con la invención presenta normalmente una densidad de 1,3 kg/l a 1,6 kg/l. El detergente según la invención puede ser dosificado utilizando dosificadores convencionales de pasta, según se describe por ejemplo en la solicitud de patente internacional WO 95/29282, solicitud de patente alemana DE 19605906, patente alemana DE 4430418 y patentes europeas EP 0295525 y EP 0356707. Un dosificador adecuado particularmente para dosificar detergentes en forma de pasta pseudoplásticos es conocido, por ejemplo, a partir de la patente europea EP 0721521 y es empleado preferiblemente para dosificar pastas pseudoplásticas de acuerdo con la invención. Los detergentes según la invención pueden ser envasados opcionalmente en porciones laminares, particularmente láminas hidrosolubles. Tales láminas están descritas, por ejemplo, en la solicitud de patente europea EP 253151. Un detergente de acuerdo con la invención se utiliza preferiblemente en lavadoras industriales para lavar y desinfectar colada sucia. Se utiliza en concentraciones de 2 g/l a 5 g/l en el licor de lavado preferiblemente.

ES 2 293 744 T3

Ejemplos

Ejemplo 1

5 Las sustancias listadas en la siguiente tabla se mezclaron juntas y la mezcla resultante fue molturada en un molino (molino de rodillos, alimentación continua). Se obtuvieron directamente detergentes fluidos M1 a M6 en forma de pasta después de la fabricación. Los detergentes presentaban una densidad de alrededor de 1,4 g/cm³ y una viscosidad (medida a 25°C con un viscosímetro rotacional Brookfield DV-II, husillo n° 7, a 5 rpm. después de un tiempo de medida de 3 minutos) de alrededor de 80.000 mPa. La viscosidad de las pastas no cambió significativamente después de almacenamiento durante 3 meses.

TABLA 1

Composición de detergentes en forma de pasta (% en peso)

	M1	M2	M3	M4	M5	M6
Tensioactivo no iónico ^{a)}	20	19	19	-	-	9
Tensioactivo no iónico ^{b)}	10	9	7	7	7	9
Tensioactivo no iónico ^{c)}	-	-	-	-	16	-
Tensioactivo no iónico ^{d)}	-	-	-	16	-	-
Tensioactivo no iónico ^{e)}	-	-	-	3	3	-
Tensioactivo no iónico ^{f)}	8	7	9	9	11	19
Alquil-benzolsulfonato	0,8	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7
Ácido graso/jabón ^{g)}	1,2	1,6	1,6	1,6	2	2
Isotridecanol	-	3	3	3	3	3
Citrato Na	10	10	-	5	10	-
Ácido cítrico	-	-	10	5	-	10
Perborato Na	25	25	25	25	25	25
Policarboxilato polimérico	4	6	6	6	6	6
Fosfonato	0,5	1,6	1,6	1,6	1,6	1,6
Hidrógeno-carbonato Na	-	7	-	-	-	-
Inhibidor de espuma ^{h)}	1	1	1	1	1	1
Abrillantador óptico	0,2	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Enzimas	0,6	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8
Carbonato Na	Hasta 100					
a) Alcohol graso C ₁₂₋₁₄ + 3 EO (Dehydol® LS 3; un producto de Henkel KGaA)						
b) Alcohol graso C ₁₂₋₁₈ + 7 EO (Dehydol® LT 7; un producto de Henkel KGaA)						
c) Oxoalcohol C ₉₋₁₁ + 3 EO (Lutensol® ON 30; un producto de BASF AG)						
d) Oxoalcohol C ₉₋₁₁ + 7 EO (Lutensol® ON 70; un producto de BASF AG)						
e) Alcohol oleilcetil + 2 EO (Foryl® 502; un producto de Henkel KGaA)						
f) Alcohol graso C ₁₂₋₁₄ + 4 EO + 5 PO (Dehypon® LS 54; un producto de Henkel KGaA)						
g) Ácido graso C _{16/22} presente al 85% como sal Na (Edenor® W 35; un producto de Henkel KGaA)						
h) Mono/diestearil fosfato						

Ejemplo 2

Determinación del efecto desinfectante de M1

55 *Material y método*

4.2 Desinfección quimiotérmica de colada - Desinfektionsmittelkommission der Deutschen Gesellschaft für Hygiene und Mikrobiologie, Hyg. Med. 1998, 23, 127-129.

60 *Gérmenes de prueba*

S. aureus ATCC 6538

E. faecium ATCC 6057

65

E. coli NCTC 10538

C. albicans ATCC 10231

ES 2 293 744 T3

1. Determinación de actividad bacteriostática y fungistática y sustancias inactivantes adecuadas (según "Richtiinen" 1/2.1)

Inhibiciones de crecimiento después de incubación durante 72 horas a 37°C

5

Concentraciones finales de M1

10 g/litro - diluciones adicionales 1:1

10

Sin inactivador

S. aureus - - + + + +

15

E. faecium - + + + + +

E. coli - + + + + +

20

C. albicans - + + + + +

3% Tween 80 + 0,3% lecitina + 0,1% cisteína

25

S. aureus - + + + + +

E. faecium - + + + + +

30

E. coli - - - + + +

C. albicans - + + + + +

3% Tween 80 + 3% saponina + 0,1% histidina + 0,1% cisteína

35

S. aureus - - + + + +

E. faecium - + + + + +

40

E. coli - + + + + +

C. albicans - + + + + +

45

3% Tween 80 + 0,3% lecitina + 0,1% histidina + 0,5% tiosulfato Na

S. aureus + + + + + +

50

E. faecium + + + + + +

E. coli - + + + + +

55

C. albicans + + + + + +

Combinación inactivante en las otras pruebas: 3% Tween 80 + 0,3% lecitina + 0,1% histidina + 0,5% tiosulfato Na

60

Significado de los símbolos:

+ = turbidez tras proliferación de gérmenes

65

- = sin turbidez tras proliferación de gérmenes

ES 2 293 744 T3

2. Prueba de actividad bactericida en suspensión cuantitativa

(Mod. según "Richtlinien" 1/2.3)

5 Temperatura de proceso: 60°C.

Contenido en gérmenes de la suspensión inicial:

10 *E. faecium* ATCC 6057: 9,34 log/ml (cultivo preliminar en infusión agar cerebro-corazón, 48 h a 36±1°C)

	Concentraciones de M1 (g/litro)	Factores de reducción (log) después de tiempo de contacto en minutos			
		5	10	15	30
15					
20	Sin oposición de albúmina (I/2.3.1)				
	6	5,07	≥5,27	≥5,26	≥5,26
25	3	3,50	≥5,27	≥5,26	≥5,26
	1,5	3,05	≥5,27	≥5,26	≥5,26
30	0,75	3,02	≥5,27	≥5,26	≥5,26
	Valor de control				
35	(log/20° C)	6,27	6,27	6,26	6,26
	Valor de control				
40	(log/60° C)	6,24	6,17	6,16	6,10
	Con oposición de 0,2% albúmina (I/2.3,2)				
45	6	4,90	≥5,29	≥5,24	≥5,10
	3	4,51	≥5,29	≥5,24	≥5,10
50	1,5	3,62	≥5,29	≥5,24	≥5,10
	0,75	3,09	≥5,29	≥5,24	≥5,10
	Valor de control				
55	(log/20° C)	6,31	6,29	6,24	6,10
	Valor de control				
60	(log/60° C)	6,30	6,19	6,16	6,11
65					

ES 2 293 744 T3

3. Prueba de desinfección quimiotérmica de colada

Germen de prueba: Enterococcus faecium ATCC 6057

- 5 Cultivo en infusión agar cerebro-corazón (BHI, Becton-Dickinson 11065) durante 48 horas a $36 \pm 1^\circ\text{C}$. Flotación con solución fisiológica de sal común; después de centrifugar y verter el sobrenadante, los gérmenes fueron recogidos en sangre concentrada agitada (Oxoid) y homogeneizados.

Contaminación de los portadores de gérmenes

- 10 Las muestras de tejido de algodón estándar (1 x 1 cm, DIN 53919) se sumergieron en la suspensión germen/sangre y se secaron en platos Petri abiertos durante 3 horas a $36 \pm 1^\circ\text{C}$. Proceso de la prueba

- 15 Todas las pruebas se realizaron en una lavadora/secadora automática Miele WS 5080. Se añadieron a la colada 12,5 ml de sangre agitada (Oxoid) por kg de colada antes de la entrada de agua. Completada la fase de desinfección, es decir, antes de aclarar, se retiraron 10 portadores de gérmenes y fueron inmediatamente introducidos individualmente en 5 ml de solución peptona de caseína/peptona de harina de soja (CSL) con sustancias inactivantes + perlas de vidrio. La detección de gérmenes se realizó después de homogeneización de los cultivos de enriquecimiento mediante agitación (10 min; 300 min^{-1}) utilizando el método de vertido. Con este fin, 1 ml se utilizó directamente y 1 ml después de dilución (0,5 ml en 4,5 ml CSL) en 20 ml de CSA (peptona de caseína/peptona de harina de soja/agar) líquida. Las muestras individuales fueron introducidas adicionalmente en placas de vertido. Estas placas y las antes mencionadas se incubaron durante 3 semanas a $36 \pm 1^\circ\text{C}$.

- 25 Para la detección de gérmenes de prueba capaces de proliferar en el licor, se retiraron 100 ml de licor después de la fase de desinfección e inmediatamente se mezclaron con 100 ml de doble concentración de CSL + doble concentración de sustancias inactivantes.

- 30 Después de incubación durante 3, 7 y 21 días a $36 \pm 1^\circ\text{C}$, se prepararon subcultivos en Agar SLANETZ-BARTLEY (Oxoid/CM 377) para detectar los gérmenes de prueba (incubación durante 48 horas a 44°C).

Serie de pruebas: M1: 3,0 g/l licor, añadidos al comienzo del lavado

35 Temperatura de desinfección: 60°C

Tiempo de contacto: 15 minutos

40 Proporción licor: 1:4

	1ª Serie de pruebas	2ª Serie de pruebas	3ª Serie de pruebas
Colada (ropa de cama)	4,72 kg	4,72 kg	4,72 kg
45 Sangre añadida	59,0 ml	59,0 ml	59,0 ml
Cantidad de M1	57,0 g	57,0 g	57,0 g
Tiempo de calentamiento	10 min 54 s	11 min 10 s	11 min 7 s
Temperatura medida:			
50 Comienzo	$60,3^\circ\text{C}$	$60,0^\circ\text{C}$	$60,2^\circ\text{C}$
Final	$62,1^\circ\text{C}$	$60,4^\circ\text{C}$	$60,1^\circ\text{C}$
Intervalo	$59,9-64,2^\circ\text{C}$	$59,8-64,1^\circ\text{C}$	$60,0-64,1^\circ\text{C}$
Suspensión inicial sangre-gérmenes	10,70	10,70	10,70
55 log/CFU/ml			
Cada portador de gérmenes log CFU	9,70	9,70	9,70
	9,60	9,60	9,60
	<u>9,65</u>	<u>9,65</u>	<u>9,65</u>
60 x:	9,65	9,65	9,65

65

ES 2 293 744 T3

CFU recuperable después de exposición

			1 ml CSA	Placa de vertido	RF	1 ml CSA	Placa de vertido	RF	1 ml CSA	Placa de vertido	RF
5	Portador gérmenes 1	de	0	+	>8,95	0	+	>8,95	0	+	>8,95
	Portador gérmenes 2	de	0	+	>8,95	2	+	8,65	0	+	>8,95
10	Portador gérmenes 3	de	2	+	8,65	0	+	>8,95	0	+	>8,95
	Portador gérmenes 4	de	1	+	8,95	3	+	8,47	0	+	>8,95
15	Portador gérmenes 5	de	1	+	8,95	0	+	>8,95	0	+	>8,95
	Portador gérmenes 6	de	1	+	8,95	0	+	>8,95	0	+	>8,95
20	Portador gérmenes 7	de	0	+	>8,95	0	+	>8,95	0	+	>8,95
	Portador gérmenes 8	de	1	+	8,95	0	+	>8,95	1	+	8,95
	Portador gérmenes 9	de	0	+	>8,95	1	+	8,95	0	+	>8,95
25	Portador gérmenes 10	de	0	+	>8,95	3	+	8,47	0	+	>8,95

+ = crecimiento de gérmenes de prueba (portadores de gérmenes en placas de vertido)

- = sin crecimiento de gérmenes de prueba (portadores de gérmenes en placas de vertido)

30 Sin detección del germen de prueba en los enriquecimientos de 100 ml de licor. Seis muestras estériles expuestas en la serie de pruebas no mostraron detección de los gérmenes de prueba en el cultivo de enriquecimiento.

Serie de pruebas: Sin detergente

35 Lavadora/secadora automática Miele WS 5080

Proporción de licor: 1:4

40 1ª serie de pruebas

Colada: Ropa de cama 4,72 kg

Sangre añadida: 59,0 ml

45 Tiempo de calentamiento: 12 min 44 s

Temperatura de desinfección: 60° C

50 Tiempo de desinfección: 15 min

Temperatura medida:

Comienzo: 60,1° C

55 Final: 61,6° C

Intervalo: 60,0-64,2° C

60 Suspensión inicial sangre-germen log CFU/ml: 10,70 E. faecium

Cada portador de gérmenes log CFU: 9,70

9,60

9,65

65 x: 9,65

ES 2 293 744 T3

	CFU (log) recuperable en	1 ml CSA	Placa de vertido	RF
5	Portador de gérmenes 1	398	+	6,35
	Portador de gérmenes 2	578	+	6,19
	Portador de gérmenes 3	714	+	6,10
10	Portador de gérmenes 4	178	+	6,70
	Portador de gérmenes 5	156	+	6,76
15	Portador de gérmenes 6	44	+	7,31
	Portador de gérmenes 7	311	+	6,46
20	Portador de gérmenes 8	262	+	6,53
	Portador de gérmenes 9	436	+	6,31
25	Portador de gérmenes 10	360	+	6,40

+ = detección del germen de prueba (muestras en placas de vertido)

30 - = sin detección de germen de prueba (muestras en placas de vertido), detección del germen de prueba en el licor (enriquecimiento).

4. Evaluación de los resultados

35

Las pruebas se realizaron según el estándar de “4.2 Chemotheirininische Wáschedesinfektion” (Abril 1998) de la Deutsche Gesellschaft für Hygiene und Mikrobiologie. A partir del presente estado de conocimiento, puede deducirse que, en los procedimientos de desinfección quimiotérmica de colada a temperaturas de 60°C y superiores, el germen de prueba *Enterococcus faecium* es más resistente que los bacilos tuberculosos y los otros gérmenes de prueba antes utilizados *Staphylococcus aureus*, *Candida albicans* y *Escherichia coli*.

40

El resultado de las pruebas de suspensión cuantitativa a 60°C mostró que se obtuvieron factores de reducción de $\geq 5 \log_{10}$ unidades en 10 minutos con la adición del detergente M1 (3,0 g/litro) de interés para el procedimiento en la máquina de lavado.

45

Factores de reducción superiores a 8,5 \log_{10} unidades se obtuvieron también en las pruebas de adecuación del procedimiento desinfección quimiotérmico de colada bajo condiciones difíciles con 12,5 ml de sangre añadida por kg de colada.

50

Similarmente se obtuvieron buenos resultados desinfectantes con los detergentes M2 a M6 del Ejemplo 1.

55

60

65

REIVINDICACIONES

- 5 1. Un detergente en forma de pasta con efecto desinfectante, destinado a utilizarse en lavadoras industriales que contiene un tensioactivo no iónico, coadyuvantes orgánicos y/o inorgánicos, agentes de blanqueo a base de perácido, así como opcionalmente otros ingredientes habituales, **caracterizado** porque contiene 30% a 60% en peso de tensioactivo no iónico, en el cual 32% a 55% en peso del tensioactivo no iónico se encuentra en forma de uno o más alcoholes etoxilados o propoxilados, 0,5% a 5% en peso de ácido graso y/o sal alcalina de ácido graso, 5% a 15% en peso de citrato y/o ácido cítrico y 15% a 35% en peso de compuesto perácido inorgánico, y el detergente está libre de metasilicato alcalino y promotor de blanqueo.
- 10 2. El detergente según la reivindicación 1, **caracterizado** porque contiene 35% a 50% en peso de tensioactivo no iónico en forma de uno o más alcoholes etoxilados o propoxilados.
- 15 3. El detergente según la reivindicación 1 o 2, **caracterizado** porque contiene 0,75% a 2,5% en peso, en particular 1% a 2% en peso, de ácido graso y/o sal alcalina de ácido graso.
- 20 4. El detergente según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado** porque contiene una mezcla de ácido graso y sal alcalina de ácido graso en una proporción en peso en el intervalo de 1:99 a 50:50, en particular de 5:95 a 25:75.
- 25 5. El detergente según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado** porque contiene 8% a 12,5% en peso de citrato y/o ácido cítrico.
- 30 6. El detergente según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado** porque contiene, además de citrato y/o ácido cítrico, 2% a 12% en peso, en particular 5% a 10% en peso, de otros coadyuvantes orgánicos en forma de un policarboxilato polimérico.
- 35 7. El detergente según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, **caracterizado** porque contiene 20% a 30% en peso, en particular 22,5% a 27,5% en peso, de compuesto perácido inorgánico.
- 40 8. El detergente según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, **caracterizado** porque el compuesto perácido inorgánico está seleccionado dentro del grupo formado por perborato alcalino, percarbonato alcalino y sus mezclas.
- 45 9. El detergente según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, **caracterizado** porque contiene hasta 5% en peso, en particular 0,5% a 3% en peso, de alquil-bencenosulfonato.
- 50 10. El detergente según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, **caracterizado** porque en solución acuosa al 1% en peso, su valor de pH oscila entre 9,5 a 11,5, en particular entre 10 y 11.
- 55 11. El detergente según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, **caracterizado** porque presenta una viscosidad a 25°C en el intervalo de 60.000 mPa a 100.000 mPa, en particular de 70.000 mPa a 90.000 mPa (viscosímetro rotacional Brookfield, husillo nº 7, 5 rpm).
- 60 12. El detergente según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, **caracterizado** porque contiene 5% a 15% en peso, en particular 6% a 10% en peso, de carbonato alcalino y/o hidrógeno-carbonato alcalino.
- 65 13. El detergente según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, **caracterizado** porque los ingredientes del detergente en forma de pasta presentes en la fase sólida son partículas finas con un tamaño medio de partícula de 5 µm a 200 µm, en particular de 10 µm a 80 µm.
14. El detergente según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13, **caracterizado** porque como máximo 15% de las partículas de los ingredientes presentes en la fase sólida presentan un tamaño de partícula mayor de 200 µm.
15. El detergente según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 14, **caracterizado** porque contiene 0,2% a 1,5% en peso, en particular 0,5% a 1% en peso, de enzima, particularmente proteasa, amilasa, lipasa y/o celulasa.
16. Un procedimiento para la fabricación del detergente en forma de pasta según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 15, **caracterizado** porque se introduce el tensioactivo no iónico, añadiendo el ácido graso y/o sal alcalina de ácido graso y, opcionalmente, un regulador de espuma y un tensioactivo aniónico sintético, mezclándose hasta obtener una premezcla homogénea, a dicha premezcla se añaden, después de un calentamiento opcional a temperaturas alrededor de 80°C, los ingredientes pulverulentos incluyendo el ácido cítrico/citrato del detergente pastoso, que se dispersan en la premezcla, en especial mediante agitación, después de lo cual se refrigera, opcionalmente, a temperaturas de alrededor de 45°C, y se añade el compuesto perácido, tras lo cual se somete la mezcla obtenida a molturación en húmedo de forma que el producto adquiere la deseada consistencia y homogeneidad, y después se incorporan cuidadosa y homogéneamente los ingredientes adicionales, en particular los sensibles a la temperatura y cizallamiento.

ES 2 293 744 T3

17. Uso del detergente según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 15, en lavadoras industriales para lavar y desinfectar colada sucia.

5 18. Un procedimiento de lavado y desinfección de colada en lavadoras industriales, **caracterizado** porque se utiliza un detergente según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 15.

10 19. Un procedimiento de lavado y desinfección de colada en lavadoras industriales, **caracterizado** porque se utiliza un detergente según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 15, en cuyo detergente está ausente un ingrediente, en particular el compuesto perácido inorgánico, y dicho ingrediente se emplea separadamente.

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65