



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 210 775**

51 Int. Cl.:
C11D 17/00 (2006.01)
C11D 3/22 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA MODIFICADA

T5

- 86 Número de solicitud europea: **98932147 .6**
86 Fecha de presentación : **03.06.1998**
87 Número de publicación de la solicitud: **1019484**
87 Fecha de publicación de la solicitud: **19.07.2000**

54 Título: **Composiciones de limpieza.**

30 Prioridad: **06.06.1997 GB 9711831**

45 Fecha de publicación de la mención y de la traducción de patente europea: **01.07.2004**

45 Fecha de la publicación de la mención de la patente europea modificada BOPI: **16.05.2007**

45 Fecha de publicación de la traducción de patente europea modificada: **16.05.2007**

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

72 Inventor/es: **Boskamp, Jelles, Vincent**

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

ES 2 210 775 T5

ES 2 210 775 T5

DESCRIPCIÓN

Composiciones de limpieza.

5 Esta invención se refiere a composiciones de limpieza en forma de comprimidos, especialmente para uso en el lavado de tejidos, pero también utilizable en lavavajillas.

10 Las composiciones detergentes en forma de comprimidos se han descrito en, por ejemplo, en los documentos GB 911204 (Unilever), US 3953350 (Kao), JP 60-015500A (Lion), y EP-A-711827 (Unilever), y se venden comercialmente en España. En el documento WO96/28530 (P&G) se describen comprimidos para lavavajillas. Los comprimidos tienen varias ventajas con respecto a los productos en polvo: no requieren medirlos y, de este modo, son más fáciles de manipular y dispensar en la carga de lavado, y son más compactos, facilitando por tanto un almacenamiento más económico.

15 El documento JP 62-197497 enseña la aplicación de polímeros hinchables en agua de los cuales el 70% en peso tiene un tamaño por debajo de $590\ \mu\text{m}$. Además, los productos no contienen un coadyuvante como componente obligatorio. El documento US-A 5360567 divulga un comprimido de detergente en partículas que comprende tensioactivo, un coadyuvante y opcionalmente otro ingrediente en la columna 5 del mismo, se divulgan desintegrantes físicos que actúan por hinchamiento.

20 Los comprimidos de una composición de limpieza generalmente se obtienen comprimiendo o compactando una cantidad de la composición en forma de partículas. Es deseable que los comprimidos tengan una resistencia adecuada cuando están secos, pero que se dispersen y disuelvan rápidamente cuando se añadan al agua de lavado.

25 Es conocida la inclusión de materiales cuya función es potenciar la desintegración de los comprimidos cuando se colocan en agua de lavado. Algunos comprimidos que se venden comercialmente incorporan urea para este fin. La urea tiene una solubilidad muy alta en agua, superando 100 g por 100 ml de agua a 20°C .

30 Se ha encontrado ahora que la desintegración de comprimidos de la composición de limpieza se puede acelerar incorporando en el comprimido una cantidad de un material polimérico insoluble en agua pero hinchable en agua.

35 Sorprendentemente, se ha encontrado que tal material es mucho más efectivo si tiene un tamaño de partículas relativamente grande. En consecuencia, la presente invención proporciona un comprimido de composición de limpieza en forma de partículas compacta, en el que el comprimido o una región discreta del mismo contiene tensioactivo y coadyuvante de la detergencia, y también contiene un material polimérico insoluble en agua, e hinchable en agua, que tiene un tamaño medio de partículas de al menos 500 micrómetros y en el que tal material polimérico, con un tamaño de partículas de al menos 500 micrómetros, es un aglomerado de partículas más pequeñas cuyo tamaño más grande no es mayor que 200 micrómetros, preferentemente no mayor que 50 micrómetros, mientras que al menos la mitad de las partículas del agregado tienen un tamaño de partículas de al menos 700 micrómetros.

40 El material puede existir como partículas relativamente redondas, o como partículas relativamente planas tales como copos o discos. En el último caso, el tamaño (diámetro) de los copos será mayor, quizás sustancialmente mayor, que el diámetro de una esfera con el mismo volumen.

45 El tamaño más grande de partículas del material polimérico se puede determinar mediante análisis por tamiz, y la forma de las partículas se puede observar con el microscopio.

50 Los materiales poliméricos adecuados, hinchables en agua, tienen preferiblemente una capacidad de absorción de agua de forma que pueden adsorber al menos cuatro veces su propio peso de agua, es decir, una captación de agua de al menos 4 g por g.

55 Es habitual usar carboximetilcelulosa sódica (SCMC) en composiciones detergentes, habitualmente como no más de 35% en peso de la composición. Se ha encontrado que tales cantidades de SCMC son generalmente ineficaces para promover la desintegración del comprimido.

Se ha encontrado deseable usar materiales con poco o ningún carácter iónico. Tales materiales pueden ser polisacáridos con poca o ninguna sustitución iónica.

60 La ausencia o casi ausencia de sustitución iónica se puede expresar afirmando que la densidad de carga del material polimérico es baja, tal como menor que 10^{-3} , mejor menor que 6×10^{-4} o cero. La expresión "densidad de carga" representa el número de cargas en una molécula de polímero, dividido entre el peso molecular del polímero. Esencialmente es lo mismo que el número medio de cargas en una unidad que se repite del polímero, dividido entre el peso molecular medio de una unidad que se repite.

65 El material polimérico insoluble en agua e hinchable en agua se añade preferiblemente como partículas que contienen al menos 75% de su propio peso del material polimérico (es decir, ignorando su contenido de humedad). Habitualmente, contendrá poco o nada más que el polímero y cualquier humedad que le acompañe.

ES 2 210 775 T5

Un comprimido de la invención puede ser homogéneo o heterogéneo. En la presente memoria descriptiva, el término “homogéneo” se usa para designar a un comprimido producido por compactación de una única composición en partículas, pero no implica que todas las partículas de esa composición serán necesariamente de composición idéntica. El término “heterogéneo” se usa para designar a un comprimido que consta de una pluralidad de regiones discretas, por ejemplo capas, insertos o revestimientos, cada una obtenida por compactación a partir de una composición en partículas. En un comprimido heterogéneo según la presente invención, cada región discreta del comprimido tendrá preferiblemente una masa de al menos 5 g.

En un comprimido heterogéneo, al menos una, y posiblemente más, de las regiones discretas contiene el material polimérico junto con un tensioactivo y un coadyuvante de la detergencia según la invención.

La cantidad del material polimérico que se incorpora en un comprimido, o en una región discreta del mismo, para promover la desintegración en agua, oscila generalmente de 0,5 a 10% en peso del comprimido o de la región del mismo.

La composición de limpieza que se compacta para formar un comprimido homogéneo, o una región discreta de un comprimido heterogéneo, puede ser una composición apropiada para un lavavajillas, en la que la cantidad de tensioactivo es habitualmente baja (por ejemplo, 0,5 a 2% en peso), aunque se pueden usar concentraciones más altas que ascienden hasta 50% en peso. Tal composición contendrá típicamente una proporción elevada de sales solubles en agua, tal como por encima de 60% en peso de la composición, a menudo por encima de 85% en peso de la composición.

Una posibilidad es que todo el comprimido, ya sea homogéneo o heterogéneo, sea adecuado para un lavavajillas, y contenga globalmente entre 0,5 y 50% en peso de tensioactivo, y entre 5 y 80 ó 90% en peso de coadyuvante de la detergencia, siendo al menos el 60% en peso de la composición soluble en agua.

Las sales solubles en agua típicamente usadas en las composiciones para lavavajillas son fosfatos (incluyendo fosfatos condensados), carbonatos y silicatos, generalmente como sales de metales alcalinos. Las sales de metales alcalinos, solubles en agua, seleccionadas de fosfatos, carbonatos y silicatos, pueden proporcionar 60% en peso o más de una composición para un lavavajillas.

Sin embargo, se contempla particularmente que una composición que se compacta para formar un comprimido, o una región discreta del mismo, será adecuada para lavar tejidos, conteniendo al menos 2% en peso, mejor al menos 5% en peso, de tensioactivo. En tales comprimidos, el tensioactivo funciona como un aglutinante, plastificando al comprimido. Sin embargo, también puede retrasar la desintegración del comprimido formando un gel viscoso cuando el comprimido entra en contacto con el agua.

De este modo, un comprimido preferido, o una región discreta del mismo, contiene de 2 ó 5% en peso hasta 40 ó 50% en peso de tensioactivo, 5 ó 10 hasta 60 u 80% en peso de coadyuvante de la detergencia, y de 0,5 hasta 10% en peso del material polimérico. Cuando un comprimido es heterogéneo, estos intervalos de porcentajes se pueden aplicar a la composición global del comprimido, así como a al menos una región discreta del comprimido.

En un comprimido heterogéneo, el material polimérico se puede incorporar sólo en una parte de una pluralidad de regiones discretas (por ejemplo, en sólo una de dos), mientras que la otra u otras regiones contienen una concentración mucho menor, o más, del material polimérico. Tal disposición se puede usar para hacer que las regiones del comprimido se desintegren y se disuelvan (en tanto que sus constituyentes sean solubles) a velocidades diferentes.

A continuación se expondrán con más detalle los materiales que se pueden usar en los comprimidos de esta invención.

Material polimérico

Como se ha mencionado, éste debe tener preferiblemente un carácter no iónico, y debe desarrollar una capacidad elevada de captación de agua.

Se conoce un número de tales materiales, y generalmente se basan en celulosa, la cual se puede modificar químicamente para potenciar su capacidad de captación de agua. Algunas veces tales celulosas modificadas tienen sustituyentes iónicos pero, para esta invención, se prefiere que cualquiera de los sustituyentes sea no iónico.

Compuestos tensioactivos

Las composiciones que se compactan para formar comprimidos o regiones de comprimidos de esta invención generalmente contienen uno o más tensioactivos detergentes. En una composición para lavar tejidos, éstos proporcionan preferiblemente de 5 a 50% en peso de la composición global del comprimido, más preferiblemente de 8 ó 9% en peso de la composición global hasta 40% o 50% en peso. El tensioactivo puede ser aniónico (jabonoso o no jabonoso), catiónico, bipolar, anfótero, no iónico, o una combinación de estos.

El tensioactivo aniónico puede estar presente en una cantidad de 0,5 hasta 50% en peso, preferiblemente de 2% o 4% hasta 30% o 40% en peso de la composición del comprimido.

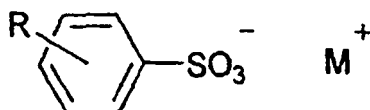
ES 2 210 775 T5

Los tensioactivos aniónicos sintéticos (es decir, no jabones) son bien conocidos por los expertos en la técnica. Los ejemplos incluyen alquilbencenosulfonatos, particularmente alquilbencenosulfonatos lineales de sodio que tienen una longitud de cadena alquílica de C₈-C₁₅; olefinsulfonatos; alcanosulfonatos; dialquilsulfosuccinatos; y sulfonatos de ésteres de ácidos grasos.

El sulfato de alquilo primario, que tiene la fórmula



en la que R es una cadena alquílica o alquénica 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 alquilbencenosulfonato lineal de la fórmula



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

Frecuentemente, tal alquilbencenosulfonato lineal, o sulfato de alquilo primario, de las fórmulas anteriores, o una mezcla de los mismos, será el tensioactivo aniónico deseado, y puede proporcionar 75 a 100% de cualquier tensioactivo aniónico no jabonoso en la composición.

En algunas formas de esta invención, la cantidad de tensioactivo aniónico no jabonoso está en un intervalo de 5 hasta 20% en peso de la composición del comprimido.

También puede ser deseable incluir uno o más jabones de ácidos grasos. Estos son preferiblemente jabones de sodio obtenidos de los ácidos grasos de origen natural, por ejemplo, los ácidos grasos de aceite de coco, sebo de vacuno, aceite de girasol o de semilla de colza endurecido.

Los compuestos tensioactivos no iónicos que se pueden usar 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 alquilfenoles, con óxidos de alquileo, especialmente óxido de etileno.

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

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

En ciertas formas de esta invención la cantidad de tensioactivo no iónico está en un intervalo de 4 a 40%, mejor 4 ó 5 a 30% en peso de la composición.

Muchos tensioactivos no iónicos son líquidos. Estos se pueden absorber sobre partículas de la composición.

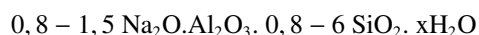
En un comprimido para lavavajillas, el tensioactivo puede ser totalmente no iónico, en una cantidad por debajo de 5% en peso de la composición, aunque es conocida la inclusión de algo de tensioactivo aniónico y usar hasta 10% en peso de tensioactivo en total.

Coadyuvante de la detergencia

Una composición que se compacta para formar comprimidos, o regiones de comprimidos, generalmente contendrá de 15 hasta 80%, más habitualmente 15 hasta 60% en peso de un coadyuvante de la detergencia. Este se puede proporcionar totalmente mediante materiales solubles en agua, o se puede proporcionar en gran parte o incluso completamente por material insoluble en agua con propiedades suavizantes del agua. El coadyuvante de la detergencia insoluble en agua puede estar presente como 5 hasta 80% en peso, mejor 5 hasta 60% en peso, de la composición.

Los aluminosilicatos de metales alcalinos están muy favorecidos como coadyuvantes insolubles en agua, aceptables para el medioambiente, para el lavado de tejidos. Los aluminosilicatos de metales alcalinos (preferiblemente sodio) pueden ser cristalinos o amorfos, o mezclas de los mismos, y tienen la fórmula general:

ES 2 210 775 T5



Estos materiales contienen algo de agua enlazada (indicada como " $x\text{H}_2\text{O}$ "), y se requiere que tengan una capacidad de intercambio de ión calcio de al menos 50 mg CaO/g. Los aluminosilicatos de sodio preferidos contienen 1,5-3,5 unidades de SiO_2 (en la fórmula anterior). Tanto los materiales amorfos como los cristalinos se pueden preparar fácilmente por reacción entre silicato de sodio y aluminato de sodio, como se describe ampliamente en la bibliografía.

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

De modo plausible, el coadyuvante de la detergencia insoluble en agua podría ser silicato de sodio estratificado, como se describe en el documento US 4664839.

El NaSKS-6 es la marca de un silicato estratificado cristalino comercializado por Hoechst (abreviado habitualmente como "SKS-6"). El NaSKS-6 tiene la forma morfológica $\delta\text{-Na}_2\text{SiO}_5$ de silicato estratificado. Se puede preparar por métodos tales como los descritos en los documentos DE-A-3.417.649 y DE-A-3.742.043. Se pueden usar otros silicatos estratificados, tales como los que tienen la fórmula general $\text{NaMSi}_x\text{O}_{2x+1} \cdot y\text{H}_2\text{O}$, en la que M es sodio o hidrógeno, x es un número de 1,9 a 4, preferiblemente 2, e y es un número de 0 a 20, preferiblemente 0.

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

Los coadyuvantes solubles en agua, sin fósforo, pueden ser orgánicos o inorgánicos. Los coadyuvantes inorgánicos que pueden estar presentes incluyen carbonato de metal alcalino (generalmente sodio), mientras que los coadyuvantes orgánicos incluyen polímeros de policarboxilatos, tales como poliácrilatos y copolímeros acrílico/maleico, y fosfonatos acrílicos, policarboxilatos monómeros tales como citratos, gluconatos, oxidisuccinatos, mono-, di- y trisuccinatos de glicerol, carboximetiloxisuccinatos, carboximetiloximalonatos, dipicolinatos e iminodiacetatos de hidroxietilo.

Las composiciones de los comprimidos incluyen preferiblemente polímeros de policarboxilatos, más especialmente poliácrilatos y copolímeros acrílicos/maleicos, que pueden funcionar como coadyuvantes y también inhibir la deposición no deseada sobre los tejidos desde el licor del lavado.

Sistema de blanqueo

Las composiciones detergentes de comprimidos según la invención pueden contener un sistema de blanqueo. Éste comprende preferiblemente uno o más compuestos peroxi de blanqueo, por ejemplo, persales inorgánicos o peroxiácidos orgánicos, que se pueden emplear en conjunción con activadores para mejorar la acción blanqueante a bajas temperaturas de lavado. Si hay algún compuesto peroxigenado, es adecuado que la cantidad esté en un intervalo de 10 a 25% en peso de la composición.

Las persales inorgánicas preferidas son perborato de sodio monohidratado y tetrahidratado, y percarbonato de sodio, empleadas ventajosamente junto con un activador. Los activadores del blanqueo, también denominados precursores del blanqueo, se han descrito ampliamente en la técnica. Los ejemplos preferidos incluyen precursores de tipo ácido peracético, por ejemplo, tetraacetiletilendiamina (TAED), ahora en amplio uso comercial en conjunción con perborato de sodio; y precursores de tipo ácido perbenzoico. También son de interés los activadores del blanqueo de tipo amonio cuaternario y de fosfonio, descritos en los documentos US 4751015 y US 4818426 (Lever Brothers Company). Otro tipo de activador del blanqueo que se puede usar, pero que no es un precursor del blanqueo, es un catalizador de metal de transición como se describe en los documentos EP-A-458397, EP-A-458398 y EP-A-549272. Un sistema de blanqueo también puede incluir un estabilizador del blanqueo (secuestrador de metales pesados), tal como etilendiamin-tetrametilenfosfonato y dietilentriamin-pentametilenfosfonato.

Como se ha indicado anteriormente, si hay un agente de blanqueo, y es un agente de blanqueo de tipo peroxigenado inorgánico soluble en agua, la cantidad puede ser perfectamente 10% hasta 25% en peso de la composición.

Otros ingredientes detergentes

Los comprimidos detergentes de la invención también pueden contener una de las enzimas de detergencia bien conocidas en la técnica por su capacidad para degradar y ayudar a la eliminación de diversas suciedades y manchas. Las enzimas adecuadas incluyen las diversas proteasas, celulasas, lipasas, amilasas, y sus mezclas, que se diseñan para eliminar una variedad de suciedades y manchas de los tejidos. Ejemplos de proteasas adecuadas son Maxatase (Marca Registrada), suministrada por Gist-Brocades N.V., Delft, Holanda, y Alcalase (Marca Registrada) y Savinase (Marca Registrada), suministradas por Novo Industri A/S, Copenhague, Dinamarca. Las enzimas de la detergencia se emplean

ES 2 210 775 T5

habitualmente en forma de gránulos o marumes, opcionalmente con un revestimiento protector, en una cantidad de alrededor de 0,1% a alrededor de 3,0% en peso de la composición; y estos gránulos o marumes no presentan problemas con respecto a la compactación para formar un comprimido.

Los comprimidos detergentes de la invención pueden contener también un agente fluorescente (abrillantador óptico), por ejemplo, Tinopal DMS (Marca Registrada) o Tinopal CBS, disponibles de Ciba-Geigy AG, Basilea, Suiza. Tinopal DMS es 4,4'-bis-(2-morfolino-4-anilino-s-triazin-6-ilamino)estilbendisulfonato de disodio; y Tinopal CBS es 2,2'-bis-(fenilestiril)disulfonato de disodio.

Ventajosamente se incluye un material antiespumante, especialmente si el comprimido detergente está destinado principalmente para uso en lavadoras automáticas del tipo de tambor de carga frontal. Los materiales antiespumantes adecuados están habitualmente en forma granular, tales como los descritos en el documento EP 266863A (Unilever). Tales gránulos antiespumantes comprenden típicamente una mezcla de aceite de silicona, jalea de petróleo, sílice hidrófoba y alquilfosfato, como material activo antiespumante, sorbido sobre un material soporte de tipo inorgánico, a base de carbonato, soluble en agua, absorbido, poroso. Los gránulos antiespumantes pueden estar presentes en una cantidad hasta 5% en peso de la composición.

También puede ser deseable que un comprimido detergente de la invención incluya una cantidad de un silicato de metal alcalino, particularmente orto-, meta- o disilicato de sodio. La presencia de tales silicatos de metales alcalinos, por ejemplo, de 0,1 a 10% en peso, puede ser ventajosa para proporcionar protección contra la corrosión de partes metálicas en la lavadoras, además de proporcionar cierta medida de coadyuvancia y dar beneficios de procesamiento en la fabricación del material en partículas que se compacta en comprimidos.

Una composición para lavar tejidos generalmente no contendrá más de 15% en peso de silicato. Una composición para un lavavajillas contendrá a menudo más de 20% en peso de silicato.

Otros ingredientes que se pueden emplear opcionalmente en el comprimido detergente de la invención, para lavar tejidos, incluyen agentes antirredeposición tales como carboximetilcelulosa sódica, polivinilpirrolidona de cadena lineal, y los éteres de celulosa tales como metilcelulosa y etilhidroxietilcelulosa; agentes suavizantes de tejidos; sequestrantes de metales pesados, tales como EDTA; perfumes; y colorantes o motas coloreadas.

Tamaño y distribución de partículas

Un comprimido detergente de esta invención, o una región discreta de tal comprimido, es una matriz de partículas compactas.

Preferiblemente, la composición en partículas tiene un tamaño medio de partículas en el intervalo de 250 a 1400 μm . Las partículas finas, más pequeñas que 180 μm o 200 μm , se pueden eliminar tamizando antes de formar el comprimido, si se desea, aunque se ha observado que esto no siempre es esencial.

Aunque la composición en partículas de partida puede tener, en principio, cualquier densidad aparente, la presente invención es especialmente aplicable a comprimidos obtenidos compactando polvos de densidad aparente relativamente alta, debido a su mayor tendencia a exhibir problemas de disgregación y dispersión. Tales comprimidos tienen la ventaja de que, comparados con un comprimido obtenido de un polvo de densidad aparente baja, una dosis dada de composición se puede presentar como un comprimido más pequeño.

De este modo, la composición en partículas de partida puede tener adecuadamente una densidad aparente de al menos 400 g/litro, preferiblemente al menos 500 g/litro, y ventajosamente al menos 600 g/litro.

Las composiciones detergentes granulares de densidad aparente elevada, preparadas por granulación y densificación en una mezcladora/granuladora de alta velocidad, como se describe y reivindica en los documentos EP 340013A (Unilever), EP 352135A (Unilever) y EP 425277A (Unilever), o mediante los procesos de granulación/densificación continuos descritos y reivindicados en los documentos EP 367339A (Unilever) y EP 390251A (Unilever), son inherentemente adecuadas para uso en la presente invención.

Preferiblemente, las partículas separadas de material polimérico, insoluble en agua e hinchable en agua, se mezclan con el resto de la composición en partículas antes de la compactación en comprimidos.

Formación de comprimidos

La formación de comprimidos supone la compactación de la composición en partículas. Se conoce y se puede usar una variedad de maquinaria formadora de comprimidos. Generalmente, funcionará estampando una cantidad de la composición en partículas que está confinada en una matriz.

La formación de comprimidos se puede llevar a cabo a temperatura ambiente o a una temperatura por encima de la temperatura ambiente, lo que puede permitir que se logre una resistencia adecuada con menos presión aplicada durante la compactación. A fin de llevar a cabo la formación de comprimidos a una temperatura que es superior a la temperatura ambiente, la composición en partículas se suministra preferiblemente a la maquinaria formadora de comprimidos a

ES 2 210 775 T5

una temperatura elevada. Por supuesto, esto suministrará calor a la maquinaria formadora de comprimidos, pero la maquinaria también se puede calentar de alguna otra forma.

Si se suministra cualquier calor, se prevé que se suministre convencionalmente, tal como haciendo pasar a la composición en partículas a través de un horno, en vez de mediante cualquier aplicación de energía de microondas.

El tamaño de un comprimido oscilará adecuadamente de 10 a 160 g, preferiblemente de 15 a 60 g, dependiendo de las condiciones del uso que se pretende, y de si representa una dosis para una carga media en una lavadora o lavavajillas, o un submúltiplo de tal dosis. Los comprimidos pueden tener cualquier conformación. Sin embargo, por facilidad de envasado preferiblemente son bloques de sección transversal sustancialmente uniforme, tal como cilindros o cuboides. La densidad global de un comprimido está preferiblemente en un intervalo de 1040 ó 1050 g/litro hasta 1300 g/litro. La densidad del comprimido puede estar bastante bien en un intervalo de hasta no más de 1250 o incluso 1200 g/litro.

Ejemplo 1

Se llevaron a cabo experimentos con un material polimérico obtenido de celulosa y comercializado por Rettenmaier GMBH como "Arbocel A1". Tal como se suministra, tiene un intervalo de formas y tamaños de partículas (según se determina mediante análisis por tamizado) con un diámetro medio de 1 mm. Se encontró que tiene una captación de agua de 5,7 g/g.

El material se mezcló, a una concentración de 5% en peso, con cada uno de los cuatro polvos detergentes. Estos polvos se estamparon entonces en comprimidos detergentes con un peso de 40 g. Los comprimidos del control se obtuvieron a partir de los mismos polvos sin Arbocel A1. En la tabla a continuación se dan los principales constituyentes de estos polvos.

Algunos de los comprimidos obtenidos a partir de cada uno de los cuatro polvos se sumergieron completamente en agua a 20°C. Se observó que los comprimidos que contienen Arbocel se rompen en períodos de tiempo inferiores a un minuto. Los comprimidos del control permanecieron intactos durante diez minutos o más.

Para algunos de los comprimidos, se midió la ruptura, la dispersión y la disolución de los comprimidos mediante un procedimiento de ensayo en el que se coloca un comprimido sobre un tamiz de plástico con un tamaño de malla de 2 mm que está sumergido en 9 litros de agua desmineralizada a temperatura ambiente de 20°C. La conductividad del agua se monitorizó hasta que alcanzó un valor constante. Se tomó el tiempo para la disolución de los comprimidos como el tiempo (T_{90}) para que el cambio en la conductividad del agua alcanzase el 90% de su magnitud final. Los resultados se incluyen en la tabla a continuación.

Composición del polvo	Densidad aparente del polvo	Desintegración visible		Medida de la conductividad T_{90}	
		Sin Arbocel A1	Con Arbocel A1	Sin Arbocel A1	Con Arbocel A1
A 16% en peso de tensioactivo total, 46% de tripolifosfato de sodio	640 g/litro	>10 minutos	<1 minuto	4 minutos	2 minutos
B 16% en peso de tensioactivo total, 31% de zeolita, nada de fosfato	880 g/litro	>10 minutos	<1 minuto	Alrededor de 10 minutos	2 minutos
C 19% en peso de tensioactivo total, 15% de zeolita, 10% de silicato estratificado, nada de fosfato		>10 minutos	<1 minuto	Alrededor de 10 minutos	4 minutos
D Secado por pulverización: 9% de tensioactivo total, 35% de tripolifosfato de sodio	Alrededor de 550 g/litro	>10 minutos	<1 minuto		

ES 2 210 775 T5

En experimentos comparativos, se obtuvieron comprimidos usando 5% de Arbocel A1 que se había molido suavemente con una mano de almirez y un mortero para reducir el tamaño de las partículas (hasta el tamaño principal de partículas de aproximadamente 120 micrómetros). Este material molido fue mucho menos efectivo promoviendo la desintegración del comprimido.

Ejemplo 2

Se usó un polvo de detergente que contiene alrededor de 12% en peso de sulfato de alquilo como tensioactivo aniónico y alrededor de 25% en peso de zeolita A24 como coadyuvante de la detergencia.

Parte del polvo se mezcló con 5% en peso de Arbocel A1, y se conformó en comprimidos. Parte del polvo se usó para obtener comprimidos de control sin Arbocel.

La resistencia de estos comprimidos se midió usando una máquina de ensayo universal Instron para comprimir a un comprimido hasta la fractura. Entonces se calculó el valor de la tensión de fractura diametral (DFS) usando la ecuación

$$\sigma = \frac{2P}{\pi Dt}$$

en la que σ es la tensión de fractura diametral en Pascales, P es la carga aplicada en Newtons para provocar la fractura, D es el diámetro del comprimido, en metros, y t es el grosor del comprimido, en metros.

Los comprimidos con Arbocel A1 y los comprimidos del control se obtuvieron con igual resistencia. Esto requirió alrededor de un 30% mayor de presión de compactación para los comprimidos sin Arbocel A1. Cuando se sumergieron en agua a 20°C para determinar el tiempo de disolución, como en el ejemplo previo, los comprimidos que contenían Arbocel A1 alcanzaron un 90% de conductividad máxima en 3 minutos. Los comprimidos del control, sin Arbocel, no habían alcanzado un 90% de conductividad máxima después de 20 minutos.

Ejemplo 3

Se obtuvieron comprimidos para uso en el lavado de tejidos, partiendo de un polvo base secado por pulverización de la siguiente composición:

Ingrediente	Partes en peso
Alquilbencenosulfonato de sodio lineal	11,0
Tripolifosfato de sodio*	16,8
Alcohol graso C ₁₃₋₁₅ 7EO	2,4
Alcohol graso C ₁₃₋₁₅ 3EO	2,3
Silicato de sodio	4,0
Jabón	0,21
Copolímero de acrilato/maleato	1,5
Sulfato de sodio, humedad y otros ingredientes	Resto hasta 45

*** Añadido a la suspensión como tripolifosfato de sodio anhidro que contiene al menos 70% de forma fase II.**

Se obtuvo un número de composiciones en partículas mezclando este polvo con otros ingredientes según se tabula a continuación. Estos incluyeron partículas de tripolifosfato de sodio específico que contiene 70% de forma de fase I y contiene 3,5% de agua de hidratación (Rhodia-Phos HPA 3.5, disponible de Rhone-Poulenc).

Los ingredientes añadidos también incluyeron partículas de material polimérico insoluble en agua e hinchable en agua, con diferente tamaño de partículas, según se menciona más abajo. Este material fue un "Arbocel A1" como en el ejemplo 1. Para algunas composiciones, este material se tamizó para proporcionar una fracción con un intervalo más estrecho de tamaño de partículas.

Las diversas composiciones contenían los siguientes porcentajes en peso:

ES 2 210 775 T5

Ingrediente	Partes en peso
Polvo base	45,0
Gránulos de percarbonato de sodio	15,0
Gránulos de TAED	3,4
Gránulos de antiespumante	3,2
Perfume, enzimas y otros ingredientes minoritarios	3,5
Tripolifosfato HPA	15
Polímero hinchable en agua	3 ó 5
Carbonato de sodio	10 ó 12

Se obtuvieron porciones de 40 g de cada composición en comprimidos cilíndricos de 44 mm de diámetro, usando una prensa de planta piloto Fette, con un nivel fijo de presión aplicada para producir comprimidos con una densidad en un intervalo de 1100 a 1250 Kg/m³. La resistencia de estos comprimidos se midió como en el ejemplo 2.

Los porcentajes de material polimérico y su tamaño, junto con los valores de DFS y los resultados de la conductividad se exponen en la siguiente tabla.

N°	Material polimérico		% en peso de carbonato	DFS (kPa)	T ₉₀ (minutos)
	% en peso	Diámetro de partículas			
3A	5%	Por debajo de 470 µm	10%	24,6	5,5
3B	5%	470-800 µm	10%	30	3,2
3C	5%	800-1400 µm	10%	21	1,4
3D	3%	800-1400 µm	12%	33	2,8

El Ejemplo 3A no es según la invención.

Ejemplo 4

Se repitió el procedimiento del ejemplo 1, usando polvo C del ejemplo 1 y Sepharose 6B, un polisacárido no iónico. El polisacárido se usó en forma de pequeños grumos, y potenció la desintegración cuando los comprimidos se colocaron en agua.

Ejemplo 5

Se prepararon comprimidos como en el ejemplo 3, usando el mismo polvo base secado por pulverización (incluyendo así algo de polímero hinchable en agua), pero diferentes ingredientes añadidos, como se expone en la siguiente tabla:

Ingrediente	% en peso		
Polvo base	45,0	54,0	58,0
Polivinilpirrolidona	-	-	0,6
Silicato estratificado SKS-6	-	13,4	-
Gránulos de antiespumante	3,1	2,5	4,2
Perfume, enzimas y otros ingredientes minoritarios			2,0
Citrato de sodio dihidratado	-	-	20,0
Polímero hinchable en agua	5,0	5,0	5,0
Carbonato de sodio	Resto hasta 100%		

ES 2 210 775 T5

Ejemplo 6

Se obtuvieron comprimidos para uso en el lavado de tejidos, partiendo de un polvo base granulado de la siguiente composición:

Ingrediente	Partes en peso
Alquilbencenosulfonato de sodio lineal	7,7
Alcohol graso C ₁₃₋₁₅ 7EO	3,5
Alcohol graso C ₁₃₋₁₅ 3EO	3,7
Zeolita A24	25,2
Citrato de sodio dihidratado	2,6
Sulfato de sodio, humedad y otros	Resto hasta 50

Este polvo, que incluye algo de polímero hinchable en agua, se mezcló entonces con otros ingredientes para formar composiciones en partículas que se compactan a continuación en comprimidos de 40 g de peso, como en los ejemplos previos. Estas composiciones fueron las siguientes:

Ingrediente	% en peso		
Polvo base	50,0	50,0	67,0
Perborato de sodio monohidratado	14,3	14,3	-
Gránulos de TAED	5,5	5,5	-
Gránulos de antiespumante	1,0	1,0	2,0
Gránulos de agente fluorescente	1,0	1,0	-
Gránulos de silicato de sodio	3,7	3,7	-
Copolímero de acrilato/maleato	1,0	1,0	1,8
Silicato estratificado SKS-6	-	18	
Carbonato de sodio	-	-	3,2
Polímero hinchable en agua	3,0	3,0	3,0
Citrato de sodio dihidratado	18	-	20
Perfume, enzimas y otros ingredientes minoritarios	2,5	2,5	3,0
TOTAL	100	100	100

REIVINDICACIONES

1. Un comprimido de una composición de limpieza en partículas compacta, en el que el comprimido, o una región discreta del mismo, contiene tensioactivo y coadyuvante de la detergencia, y también contiene un material polimérico insoluble en agua e hinchable en agua, que tiene un tamaño medio de partículas de al menos 500 micrómetros, y en el que el material polimérico comprende aglomerados de partículas con un tamaño de partículas no mayor que 200 micrómetros, y al menos la mitad de las partículas del agregado tienen un tamaño de partículas de al menos 700 micrómetros.
2. Un comprimido según la reivindicación 1, en el que el material polimérico comprende agregados de partículas con un tamaño de partículas no mayor que 50 micrómetros.
3. Un comprimido según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el material polimérico es sustancialmente no iónico, de forma que la densidad de carga del material polimérico no supera 10^{-3} , en el que la densidad de carga representa el número de cargas sobre el material polimérico dividido entre su peso molecular.
4. Un comprimido según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el material polimérico es un polisacárido.
5. Un comprimido según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el comprimido o una región discreta del mismo contiene 0,5 a 50% en peso de tensioactivo, 5 a 80% en peso de coadyuvante de la detergencia, opcionalmente otros componentes, y 0,5 a 10% en peso del material polimérico, en peso del comprimido o región del mismo.
6. Un comprimido según la reivindicación 5, en el que el comprimido o dicha región discreta del mismo contiene 2 a 50% en peso de tensioactivo, 5 a 80% en peso de coadyuvante de la detergencia, opcionalmente otros componentes, y 0,5 a 10% en peso del material polimérico, en peso del comprimido o región del mismo.
7. Un comprimido según la reivindicación 5 o reivindicación 6, en el que dicho coadyuvante de la detergencia comprende coadyuvante de la detergencia insoluble en agua, en cantidades de 5 a 60% en peso del comprimido o de dicha región del mismo.
8. Un comprimido según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, comprimido el cual contiene una pluralidad de regiones discretas, al menos una de las cuales contiene una cantidad del material polimérico, mientras que al menos otra región del comprimido contiene una menor concentración del material polimérico o no contiene nada en absoluto.
9. Un comprimido según la reivindicación 8, que tiene al menos dos capas, conteniendo la composición, en al menos una capa, un tensioactivo, un coadyuvante de la detergencia y el material polimérico, mientras que al menos otra capa contiene una menor concentración del material polimérico o no contiene nada en absoluto.
10. Un comprimido según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, que en conjunto contiene de 5 a 50% en peso de tensioactivo y 5 a 80% en peso de coadyuvante de la detergencia.
11. Un comprimido según la reivindicación 10, que en conjunto contiene 5 a 60% en peso de coadyuvante de la detergencia insoluble en agua.
12. Un comprimido según la reivindicación 10, que en conjunto contiene de 10 a 80% en peso de coadyuvante de la detergencia insoluble en agua.
13. Procedimiento para obtener un comprimido detergente según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, que comprende mezclar material polimérico insoluble en agua e hinchable en agua con otros ingredientes en partículas para formar una composición de limpieza en partículas que incluye tensioactivo y coadyuvante de la detergencia, y compactar una cantidad de la composición en partículas en un molde de forma que forme un comprimido o una región de un comprimido.
14. Procedimiento según la reivindicación 13, en el que el material polimérico hinchable se añade a los otros ingredientes en partículas como partículas que contienen al menos 75% de su propio peso del material polimérico.