



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 300 138**

51 Int. Cl.:

C11D 17/00 (2006.01)

C11D 3/50 (2006.01)

C11D 3/12 (2006.01)

C11D 3/36 (2006.01)

C11D 3/20 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **99870082 .7**

86 Fecha de presentación : **30.04.1999**

87 Número de publicación de la solicitud: **1035199**

87 Fecha de publicación de la solicitud: **13.09.2000**

54 Título: **Pastilla de detergente perfumada.**

30 Prioridad: **12.03.1999 EP 99870043**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
01.06.2008

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
01.06.2008

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

72 Inventor/es: **Arnau, José;**
Cunningham, Philip Andrew;
Green, Michael y
McRitchie, Allan Campbell

74 Agente: **Elzaburu Márquez, Alberto**

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

DESCRIPCIÓN

Pastilla de detergente perfumada.

5 **Campo técnico de la invención**

La presente invención se refiere a pastillas de detergente perfumadas, especialmente aquellas pastillas adaptadas para usar en lavadoras de ropa, y a procesos para fabricar estas pastillas.

10 **Antecedentes de la invención**

Los productos perfumados son bien conocidos en la técnica. Sin embargo, la aceptación por parte del consumidor de estos productos perfumados, como los productos para lavado de ropa y limpieza, está determinada no sólo por el rendimiento obtenido con estos productos sino también por la estética asociada a estos. Los componentes de perfume son, por tanto, un factor importante para el éxito de la formulación de estos productos comerciales.

Además, un compuesto mineral de arcilla es un ingrediente deseable de este producto para lavado de ropa y limpieza, en particular de aquellos productos que son en forma de pastilla. De hecho, la arcilla puede proporcionar una ventaja suavizante pero puede también servir como un disgregante de estas pastillas de detergente.

Sin embargo, un problema encontrado con las pastillas de detergente perfumadas que contienen un compuesto mineral de arcilla es que la arcilla puede tener un efecto negativo sobre la acción del perfume contenido en las mismas. Por tanto, sin pretender imponer ninguna teoría, se cree que debido a la estrecha proximidad física determinada por la pastilla, el perfume es absorbido en la arcilla donde puede interactuar con iones de metal pesado y sitios de ácido o base dentro de la arcilla, pudiendo producir una decoloración de la arcilla. También la interacción entre el perfume y la arcilla puede hacer que la pastilla tenga un olor menos atractivo.

Por tanto, un objeto de la invención es proporcionar una pastilla de detergente perfumada que comprenda un compuesto mineral de arcilla que presente buen rendimiento de perfume y una reducida decoloración de la arcilla.

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

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

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

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

En GB-A-0 989 683, publicada el 22 de abril de 1965, se describe un proceso para preparar un detergente en forma de partículas a partir de tensioactivos y sales inorgánicas; pulverizar sobre silicato soluble en agua; y comprimir las partículas detergentes en una pastilla que conserve la forma sólida. Finalmente, un polímero filmógeno orgánico fácilmente soluble en agua (por ejemplo, poli(alcohol vinílico)) proporciona un recubrimiento para hacer que la pastilla de detergente sea resistente a la abrasión y a las fracturas accidentales.

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

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

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

En EP-A-0 846 754, publicada el 10 de junio de 1998, se proporciona una pastilla que tiene un recubrimiento que comprende un ácido dicarboxílico, en donde el material de recubrimiento de forma típica tiene un punto de fusión de 40°C a 200°C.

En EP-A-0 846 755, publicada el 10 de junio de 1998, se proporciona una pastilla que tiene un recubrimiento que comprende un material insoluble en agua a 25°C, tal como ácidos grasos C12-C22, ácido adípico o ácidos dicarboxílicos C8-C13.

5 En EP-A-0 846 756, publicada el 10 de junio de 1998, se proporciona una pastilla que tiene un recubrimiento que comprende un material disgregante y preferiblemente un material efervescente.

Recientemente se ha descubierto un medio por el cual las pastillas recubiertas pueden ser provistas de un recubrimiento de manera que puedan ser almacenadas, transportadas y manejadas sin daño, en donde el recubrimiento puede romperse fácilmente cuando la pastilla está en la lavadora de ropa para liberar los ingredientes activos a la solución de lavado. Aspectos típicos de esta descripción pueden encontrarse en las solicitudes pendientes de patente europea EP 99870017.3, EP 99870018.1 y EP 99870019.9.

15 Sin embargo, aunque proporcionan resultados satisfactorios, ahora también se ha descubierto que cuando un compuesto mineral de arcilla está presente en el recubrimiento de la pastilla de detergente, la arcilla, por las mismas razones mencionadas anteriormente, puede tener un efecto negativo sobre la acción del perfume contenido en las mismas así como sobre el aspecto del recubrimiento, ya que decolora el recubrimiento.

Estos problemas se ha observado que se agudizan con el tiempo y más especialmente cuando el recubrimiento también comprende un ácido con un punto de fusión de al menos 40°C, más especialmente con un punto de fusión de al menos 145°C.

Por tanto, el formulador de detergentes debe también afrontar los problemas de proporcionar una pastilla recubierta que tenga un recubrimiento con un aspecto satisfactorio, que sea suficientemente duro como para proteger a la pastilla frente a las fuerzas mecánicas cuando es almacenada, transportada y manejada y que se disperse fácilmente en una solución acuosa proporcionando al mismo tiempo un rendimiento de perfume satisfactorio.

Además, el perfumado de la pastilla de detergente es un problema para el formulador de detergentes. Por tanto, la presencia del recubrimiento en la pastilla puede reducir la difusión del perfume de la pastilla dando lugar a un olor menos atractivo.

Ahora se ha descubierto sorprendentemente que la adición de un secuestrante de iones de metal pesado a la pastilla de detergente perfumada resuelve estos problemas.

35 Sumario de la invención

La presente invención es una pastilla de detergente perfumada recubierta, comprendiendo la pastilla un compuesto mineral de arcilla y un secuestrante de iones de metal pesado y en donde el recubrimiento comprende el secuestrante de iones de metal pesado.

La expresión “pastilla de detergente perfumada” significa que el perfume puede estar presente en el recubrimiento o en la composición detergente, o en ambos.

Descripción detallada de la invención

45 Arcilla

Un ingrediente esencial de la pastilla de detergente es una arcilla. La arcilla puede estar presente en la composición detergente, en el recubrimiento o en ambos.

La expresión “compuesto mineral de arcilla” (o de forma abreviada “arcilla”) significa en la presente memoria un filosilicato hidratado, de forma típica que tiene una estructura cristalina de dos o tres capas. Cabe destacar que la expresión “compuesto mineral de arcilla”, en la presente memoria, excluye los compuestos aditivos reforzantes de la detergencia tipo zeolitas de aluminosilicato sódico, que, sin embargo, pueden incluirse en las composiciones de la invención como componentes opcionales. Una descripción más detallada de las arcillas puede encontrarse en Encyclopaedia of Chemical Technology de Kirk-Othmer, 4ª edición, volumen 6, página 381, publicada por John Wiley and Sons.

El compuesto mineral de arcilla es preferiblemente un compuesto de arcilla tipo esmectita. Las arcillas tipo esmectita se describen en las patentes US-3.862.058, US-3.948.790, US-3.954.632 y US-4.062.647 y en las patentes europeas EP-A-299.575 y EP-A-313.146, todas ellas en nombre de The Procter and Gamble Company.

La expresión “arcillas tipo esmectita” en la presente memoria incluye las arcillas en las que está presente el óxido de aluminio en una red de silicato y las arcillas en las que está presente el óxido de magnesio en una red de silicato. Los compuestos de arcilla tipo esmectita típicos incluyen los compuestos que tienen la fórmula general $Al_2(Si_2O_5)_2(OH)_2 \cdot nH_2O$ y los compuestos que tienen la fórmula general $Mg_3(Si_2O_5)_2(OH)_2 \cdot nH_2O$. Las arcillas tipo esmectita tienden a adoptar una estructura expandible en tres capas.

ES 2 300 138 T3

Los ejemplos específicos de arcillas tipo esmectita adecuadas incluyen las seleccionadas de las clases de montmorilonitas, hectoritas, volchonscoitas, nontronitas, saponitas y sauconitas, particularmente las que tienen un ion de metal alcalino o alcalinotérreo dentro de su estructura cristalina reticular. Las montmorilonitas de sodio o calcio son particularmente preferidas.

Las arcillas tipo esmectita adecuadas, especialmente las montmorilonitas, son comercializadas por diferentes proveedores incluyendo English China Clays, Laviosa, Fordamin, Georgia Kaolin y Colin Stewart Minerals (CSM).

Las arcillas tipo esmectita preferidas son comercializadas con el nombre de White Bentonite STP por Fordamin, y con el nombre de Detercal P7 por Laviosa Chemical Minería SPA.

Las arcillas de uso en la presente invención pueden ser sometidas a un tratamiento de lavado ácido con cualquier ácido mineral u orgánico adecuado. Estas arcillas producen un pH ácido cuando se disuelven en agua destilada. Una "arcilla ácida" de este tipo es comercializada con el nombre Tonsil P por Sud Chemie AG.

La sustitución de pequeños cationes tales como protones, iones sodio, iones potasio, iones magnesio e iones calcio y de ciertas moléculas orgánicas, incluidas las que tienen grupos funcionales con carga positiva, puede tener lugar de forma típica dentro de la estructura cristalina reticular de las arcillas tipo esmectita. Puede elegirse una arcilla por su capacidad de absorber preferentemente un determinado tipo de catión, pudiéndose valorar esta capacidad por su capacidad relativa de intercambio de iones. Las arcillas tipo esmectita adecuadas en la presente invención tienen de forma típica una capacidad de intercambio catiónico de al menos 50 meq/100 g. La patente US-3.954.632 describe un método para medir la capacidad de intercambio catiónico.

En una realización preferida, la estructura cristalina reticular de los compuestos minerales de arcilla puede tener un suavizante de tejidos catiónico sustituido en la misma. Estas arcillas sustituidas reciben el nombre de arcillas "hidrofóbicamente activadas". Los agentes suavizantes de tejidos catiónicos están de forma típica presentes en una relación de peso entre el agente suavizante de tejidos catiónico y la arcilla de 1:200 a 1:10, preferiblemente de 1:100 a 1:20. Los agentes suavizantes de tejidos catiónicos adecuados incluyen aminas terciarias o amidas con doble cadena larga no solubles en agua como las descritas en las patentes GB-A-1 514 276 y EP-B-0 011 340.

Una arcilla "hidrofóbicamente activada" comercial preferida es una arcilla tipo bentonita que contiene aproximadamente 40% en peso de una sal de dimetil-disebo de amonio cuaternario comercializada con el nombre Claytone EM por English China Clays International.

Preferiblemente, la arcilla que está presente en la composición detergente está presente en una mezcla íntima o en una partícula con un humectante y un compuesto hidrófobo, preferiblemente una cera o aceite, tal como aceite de parafina. Los humectantes preferidos son compuestos orgánicos, incluidos propilenglicol, etilenglicol, dímeros o trímeros del glicol y con máxima preferencia glicerol. La partícula es preferiblemente un aglomerado. De forma alternativa, la partícula puede ser de manera que la cera o el aceite y opcionalmente el humectante forme un encapsulado sobre la arcilla o, de forma alternativa, la arcilla sea un encapsulado para la cera o el aceite y el humectante. Puede preferirse que la partícula comprenda una sal orgánica o sílice o silicato.

En otra realización, la arcilla en la composición detergente es preferiblemente mezclada con uno o más tensioactivos y opcionalmente aditivos reforzantes de la detergencia y opcionalmente agua, en cuyo caso la mezcla es preferiblemente a continuación secada. Además, preferiblemente se procesa esta mezcla mediante un método de secado por pulverización para obtener una partícula secada por pulverización que comprende la arcilla.

También puede preferirse que la mezcla íntima comprenda un agente quelante.

En función de su uso final, la arcilla preferiblemente estará presente con diferentes tamaños de partículas. Por tanto, cuando se desea realizar un suavizado, se prefiere que al menos 50% en peso, preferiblemente prácticamente la totalidad (p. ej. al menos 90% o 95%) en peso, de la arcilla esté presente como gránulos. El término "gránulo" significa que las partículas del compuesto mineral de arcilla que está presente en la composición detergente están incluidas como componentes de partículas aglomeradas que opcionalmente contienen otros compuestos detergentes. Si están presentes como tales componentes, la expresión "tamaño máximo de partícula" del compuesto mineral de arcilla se refiere al tamaño máximo del componente mineral de arcilla como tal y no a la partícula aglomerada en su conjunto. De forma típica, los gránulos tendrán un tamaño de partículas de al menos 100 micrómetros, generalmente de 100 a 1700 micrómetros.

A menudo es deseable tener una arcilla como disgregante en el recubrimiento. En este caso, la arcilla está preferiblemente presente en el recubrimiento con un tamaño de partículas de menos de 75 μm , más preferiblemente de menos de 53 μm .

Preferiblemente, la pastilla es una pastilla suavizante. La expresión "pastilla suavizante" significa que el nivel de arcilla de forma típica será de al menos 5%, preferiblemente de al menos 8% y con máxima preferencia de al menos 10%, en peso de la pastilla. La cantidad puede ser menos del 25%, normalmente menos del 20% y preferiblemente no más del 15%, en peso de la pastilla.

ES 2 300 138 T3

Secuestrantes de iones de metal pesado

La pastilla de las composiciones detergentes de la invención también contiene un secuestrante de iones de metal pesado presente en el recubrimiento. El secuestrante de iones de metal pesado puede estar presente en el recubrimiento y en la composición detergente. La expresión “secuestrante de iones de metal pesado” significa en la presente memoria componentes que actúan secuestrando (quelando) iones de metal pesado. Estos componentes también pueden tener capacidad para quelar iones calcio y magnesio, aunque son especialmente selectivos en su unión a iones de metal pesado como hierro, manganeso o cobre.

Los secuestrantes de iones de metal pesado están generalmente presentes a un nivel de 0,005% a 20%, preferiblemente de 0,1% a 10%, más preferiblemente de 0,25% a 7,5% y con máxima preferencia de 0,5% a 5%, en peso de la pastilla.

Los secuestrantes de iones de metal pesado que son de tipo ácido y tienen por ejemplo funcionalidades ácido fosfónico o ácido carboxílico pueden estar presentes en su forma ácida o en forma de complejo/sal con un contracatión adecuado tal como un álcali o ion de metal alcalino, ion amonio o amonio sustituido o cualquier mezcla de los mismos. Preferiblemente las sales/complejos son solubles en agua. La relación molar entre dicho contracatión y el secuestrante de iones de metal pesado es preferiblemente como de mínimo 1:1.

Los secuestrantes de iones de metal pesado adecuados de uso en la presente invención incluyen fosfonatos orgánicos, tales como los aminoalquilen poli(alquilenfosfonatos), etano 1-hidroxi-difosfonatos de metal alcalino y nitrilo-trimetilen-fosfonatos.

Las especies preferidas entre las anteriores son el dietilen-triamino-penta (metilen-fosfonato), el etilendiamino-tri (metilen-fosfonato), el hexametilendiamino-tetra (metilen-fosfonato) y el hidroxietilen-1,1-difosfonato.

Otros secuestrantes de iones de metal pesado adecuados de uso en la presente invención incluyen el ácido nitrilotriacético y los ácidos poliaminocarboxílicos, como el ácido etilendiamino-tetraacético, el ácido etilentriamino-pentaacético, el ácido etilendiamino-disuccínico, el ácido etilendiamino-diglutárico, el ácido 2-hidroxiopropilendiamino-disuccínico o cualquier sal de los mismos.

Especialmente preferido es el ácido etilendiamino-N,N'-disuccínico (EDDS) o las sales de metal alcalino, de metal alcalinotérreo, de amonio o de amonio sustituido del mismo, o mezclas de los mismos. Compuestos de EDDS preferidos son la forma ácido libre y la sal de sodio o magnesio o complejos del mismo. Ejemplos de estas sales de sodio de EDDS preferidas incluyen Na₂EDDS y Na₃EDDS. Ejemplos de estos complejos de magnesio de EDDS preferidos incluyen MgEDDS y Mg₂EDDS.

Otros secuestrantes de iones de metal pesado adecuados para usar en la presente invención son derivados del ácido iminodiacético tales como el ácido 2-hidroxi-etildiacético o el ácido gliceril imino diacético, descritos en EP-A-317.542 y EP-A-399.133.

Los secuestrantes de ácido iminodiacético-ácido N-2-hidroxi-propilsulfónico y ácido aspártico-ácido N-carboximetil N-2-hidroxi-propil-3-sulfónico descritos en EP-A-516.102 también son adecuados en la presente invención. Los secuestrantes de tipo ácido β-alanin-N,N'-diacético, ácido aspártico-N,N'-diacético, ácido aspártico-N-monoacético y ácido iminodisuccínico descritos en EP-A-509.382 también son apropiados.

La solicitud EP-A-476.257 describe secuestrantes basados en amino apropiados. En EP-A-510.331 se describen secuestrantes derivados de colágeno, queratina o caseína adecuados. En EP-A-528.859 se describe un secuestrante de ácido alquiliminodiacético adecuado. El ácido dipicolínico y el ácido 2-fosfonobutano-1,2,4-tricarboxílico son también adecuados. El ácido glicinamido-N,N'-disuccínico (GADS), el ácido etilendiamino-N,N'-diglutárico (EDDG) y el ácido 2-hidroxiopropilendiamino-N,N'-disuccínico (HPDDS) también son adecuados.

Los iones de metal pesado más preferidos de uso en la presente invención son los etano 1-hidroxi-difosfonatos de metal alcalino, en particular cuando se utilizan junto con dietilentriamino-penta(metilen fosfonato).

Perfume

Las pastillas de la presente invención también pueden opcionalmente comprender una composición de perfume que puede estar presente en el recubrimiento si está presente o en la composición detergente, o incluso tanto en el recubrimiento como en la composición detergente. Los perfumes adecuados en la presente invención incluyen materiales que proporcionan una ventaja estética olfatoria para hacer que estas pastillas sean estéticamente más agradables al consumidor, transmitan una fragancia agradable a los tejidos tratados con los mismos y/o cubran cualquier olor “químico” que el producto pueda tener.

En la presente memoria el perfume incluye una sustancia aromática o una mezcla de sustancias aromáticas, incluidas las sustancias odoríferas naturales (es decir, las obtenidas por extracción de flores, hierbas, hojas, raíces, cortezas, madera, capullos o plantas), artificiales (es decir, una mezcla de diferentes aceites naturales o componentes oleosos) y sintéticas (es decir, obtenidas por síntesis). Estos materiales suelen ir acompañados de materiales auxiliares como

ES 2 300 138 T3

fijadores, extensores, estabilizantes y disolventes. Estas sustancias auxiliares también están incluidas en el término “perfume” en la presente memoria. De forma típica, los perfumes son mezclas complejas de una pluralidad de compuestos orgánicos.

5 Perfumes adecuados se describen en US-5.500.138, estando dicha patente incorporada como referencia en la presente memoria.

Los ejemplos de ingredientes de perfume útiles en la composición de perfume incluyen, aunque no de forma limitativa, aldehído hexilcinámico; aldehído amilcinámico; salicilato de amilo; salicilato de hexilo; terpineol; 3,7-dimetil-*cis*-2,6-octadien-1-ol; 2,6-dimetil-2-octanol; 2,6-dimetil-7-octen-2-ol; 3,7-dimetil-3-octanol; 3,7-dimetil-*trans*-2,6-octadien-1-ol; 3,7-dimetil-6-octen-1-ol; 3,7-dimetil-1-octanol; 2-metil-3-(para-terc-butilfenil)-propionaldehído; 4-(4-hidroxi-4-metilpentil)-3-ciclohexeno-1-carboxaldehído; propionato de triclododecenilo; acetato de triclododecenilo; anisalaldehído; 2-metil-2-(para-isopropilfenil)-propionaldehído; glicidato de etil-3-metil-3-fenilo; 4-(para-hidroxifenil)-butan-2-ona; 1-(2,6,6-trimetil-2-ciclohexen-1-il)-2-buten-1-ona; para-metoxiacetofenona; para-metoxi-alfa-fenilprope-
15 no; carboxilato de metil-2-n-hexil-3-oxo-ciclopentano; undecalactona gamma.

Otros ejemplos de materiales de fragancia incluyen, aunque no de forma limitativa, aceite de naranja; aceite de limón; aceite de pomelo; aceite de bergamota; aceite de clavo; dodecalactona gamma; acetato de metil-2-(2-pentil-3-oxo-ciclopentilo); beta-naftol metil éter; metil-beta-naftilcetona; cumarina; decilaldehído; benzaldehído; acetato de 4-terc-butilciclohexilo; acetato de alfa, alfa-dimetilfenileno; acetato de metilfenilcarbinilo; diéster de etilenglicol cíclico del ácido tridecandioico; 3,7-dimetil-2,6-octadieno-1-nitrilo; metil gamma-ionona; alfa-ionona; beta-ionona; petitgrain; metil-cedrilona; 7-acetil-1,2,3,4,5,6,7,8-octahidro-1,1,6,7-tetrametil-naftaleno; metil-ionona; metil-1,6,10-trimetil-2,5,9-ciclododecatrien-1-il cetona; 7-acetil-1,1,3,4,4,6-hexametiltetralina; 4-acetil-6-terc-butil-1,1-dimetilindano; benzofenona; 6-acetil-1,1,2,3,3,5-hexametilindano; 5-acetil-3-isopropil-1,1,2,6-tetrametil indano; 1-dodecanal; 25 7-hidroxi-3,7-dimetil octanal; 10-undecen-1-al; iso-hexenil ciclohexil carboxaldehído; formil triclododecano; ciclo-pentadecanolida; lactona del ácido 16-hidroxi-9-hexadecenoico; 1,3,4,6,7,8-hexahidro-4,6,6,7,8,8-hexametilciclopenta-gamma-2-benzopirano; ambroxano; dodecahidro-3a,6,6,9a-tetrametilnafto-[2,1b]furano; cedrol; 5-(2,2,3-trimetil-ciclopent-3-enil)-3-metilpentan-2-ol; 2-etil-4-(2,2,3-trimetil-3-ciclopenten-1-il)-2-buten-1-ol; alcohol cariofilénico; acetato de cedrilo; acetato de para-terc-butilciclohexilo; pachulí; resinoide de incienso; láudano; vetivert; bálsamo de copaiba; bálsamo de picea; hidroxicitronelal e indol; fenil acetaldehído e indol;
30

Más ejemplos de componentes de perfume son geraniol; acetato de geraniol; linalol; acetato de linalilo; tetra-hidro-linalol; citronelol; acetato de citronelilo; di-hidromircenol; acetato de dihidromircenilo; tetrahidromircenol; acetato de terpinilo; nopol; acetato de nopilo; 2-feniletanol; acetato de 2-feniletilo; alcohol bencílico; acetato de bencilo; salicilato de bencilo; benzoato de bencilo; acetato de estiralilo; dimetilbencilcarbinol; acetato de triclorometilfenilcarbinil metilfenilcarbinilo; acetato de isononilo; acetato de vetiverilo; vetiverol; 2-metil-3-(p-terc-butilfenil)-propanal; 2-metil-3-(p-isopropilfenil)-propanal; 3-(p-terc-butilfenil)-propanal; 4-(4-metil-3-pentenil)-3-ciclohexencarbaldehído; 4-ace-
35 toxi-3-pentiltetrahidropirano; dihidrojasmonato de metilo; 2-n-heptilciclopentanona; 3-metil-2-pentil-ciclopentanona; n-decanal; n-dodecanal; 9-decenol-1; isobutirato de fenoxietilo; dimetilacetal fenilacetaldehído; dietilacetal fenila-cetaldehído; geranonitrilo; citronelonitrilo; cedril acetal; 3-isocanfilciclohexanol; cedril metil éter; isolongifolanona; nitrilo de espino albar; espino albar; heliotropina; eugenol; vainillina; óxido de difenilo; hidroxicitronelal ionona; metil iononas; isometil ionomas; ironas; *cis*-3-hexenol y ésteres de los mismos; fragancias de almizcle de indano; fragan-
40 cias de almizcle de tetralina; fragancias de almizcle de isocromano; cetonas macrocíclicas; fragancias de almizcle de macrolactona; brasilato de etileno.

Los perfumes útiles en las composiciones de la presente invención están prácticamente exentos de productos halo-
45 genados y nitroalmizcles.

Preferiblemente, la composición de perfume contiene menos de 0,6% en peso de la composición de perfume de
50 base de Schiff. El perfume de uso en la presente invención se utiliza a un nivel de hasta 5 gramos por pastilla y preferiblemente está prácticamente exento de bases de Schiff.

La expresión “prácticamente exento” significa que la composición de perfume comprende menos de 0,4% en peso de bases de Schiff y más preferiblemente está exenta de bases de Schiff.
55

Las bases de Schiff son los productos de condensación de un ingrediente de perfume de aldehído con un antrani-
lato. Una descripción típica se puede encontrar en la patente US-4.853.369. Las bases de Schiff pueden ser añadidas
directamente a la composición de perfume o pueden formarse *in situ* en la composición de perfume añadiendo a esta
un antranilato tal como un antranilato de metilo o etilo junto con un aldehído que pueda reaccionar con el antranilato
60 para formar la base de Schiff.

Sin pretender imponer ninguna teoría, se cree que cuando este compuesto entra en contacto con la arcilla puede
sufrir reacciones con máxima probabilidad catalizadas por los iones de metal presentes en la arcilla y que en estas
reacciones se forman subproductos mucho más coloreados.
65

Las bases de Schiff típicas se seleccionan de bases de Schiff de 4-(4-hidroxi-4-metilpentil)-3-ciclohexeno-1-car-
boxaldehído y antranilato de metilo; productos de condensación de: hidroxicitronelal y antranilato de metilo; 4-(4-
hidroxi-4-metil pentil)-3-ciclohexeno-1-carboxaldehído y antranilato de metilo; antranilato de metilo e hidroxicitro-

nelal comercializados con el nombre AurantioI; antranilato de metilo y metil nonil acetaldehído comercializados con el nombre Agrumea; antranilato de metilo y PT Bucinal comercializados con el nombre VerdantioI; antranilato de metilo y liral comercializados con el nombre Lyrame; antranilato de metilo y ligustral comercializados con el nombre Ligantral; y mezclas de los mismos.

5 Preferiblemente, la composición de perfume está exenta de ingredientes de perfume seleccionados de antranilato de metilo e hidroxicitronelal comercializado con el nombre AurantioI; antranilato de metilo y metil nonil acetaldehído comercializado con el nombre Agrumea; antranilato de metilo y PT buccinal comercializado con el nombre VerdantioI; antranilato de metilo y liral comercializado con el nombre Lyrame; antranilato de metilo y ligustral comercializado con el nombre Ligantral; y mezclas de los mismos.

10 Ejemplos de disolventes, diluyentes o vehículos adecuados para los ingredientes de perfume anteriormente mencionados son etanol, isopropanol, dietilenglicol, monoetil éter, dipropilenglicol, ftalato de dietilo, citrato de trietilo, etc. Preferiblemente la cantidad de dichos disolventes, diluyentes o vehículos incorporada a los perfumes se mantiene al nivel mínimo necesario para obtener una solución homogénea de perfume.

Las pastillas de la presente invención así como las pastillas recubiertas según la invención proporcionan mejor deposición del perfume sobre el tejido.

20 Preferiblemente, la composición de perfume está presente en una cantidad de 0,001% a 10%, preferiblemente de 0,005% a 5%, más preferiblemente de 0,01% a 3% e incluso más preferiblemente de 0,02% a 2%, en peso de la pastilla.

25 El perfume puede ser incorporado a la pastilla mediante cualquier medio convencional conocido por el experto en la técnica. Un medio preferido es pulverizar la composición de perfume sobre la pastilla.

Ingredientes detergentes

30 Las pastillas pueden comprender componentes tales como tensioactivos, enzimas, detergentes, etc. Las composiciones de pastilla típicas para la realización preferida de la presente invención se describen, por ejemplo, en las solicitudes pendientes de patente europea del solicitante EP 96203471.6, EP 96203462.5, EP 96203473.2 y EP 96203464.1. Los elementos que de forma típica entran en la composición de las pastillas de detergente o de otras formas de detergente tales como líquidos o gránulos se describen en el siguiente párrafo.

Tensioactivos desersivos

Los tensioactivos están de forma típica comprendidos en una composición detergente. La disolución de los tensioactivos se ve favorecida por la adición del compuesto altamente soluble.

40 Ejemplos no limitativos de tensioactivos útiles en la presente invención de forma típica a un nivel de aproximadamente 1% a aproximadamente 55%, en peso, incluyen los alquil C_{11} - C_{18} bencenosulfonatos ("LAS") convencionales y los alquil C_{10} - C_{20} sulfatos primarios, de cadena ramificada y aleatorios ("AS"), los alquil C_{10} - C_{18} sulfatos secundarios (2,3) de fórmula $CH_3(CH_2)_x(CHOSO_3-M^+)CH_3$ y $CH_3(CH_2)_y(CHOSO_3-M^+)CH_2CH_3$ en donde x e (y + 1) son números enteros de al menos aproximadamente 7, preferiblemente de al menos aproximadamente 9, y M es un catión hidrosoluble, especialmente sodio, sulfatos insaturados tales como sulfato de oleilo, los alquilalcoxi C_{10} - C_{18} sulfatos ("AES"); especialmente etoxi sulfatos EO 1-7), alquilalcoxi C_{10} - C_{18} carboxilatos (especialmente los etoxicarboxilatos EO 1-5), los C_{10} - C_{18} glicerol éteres, los alquil C_{10} - C_{18} poliglicósidos y sus correspondientes poliglicósidos sulfatados y ésteres de ácidos grasos C_{12} - C_{18} alfa-sulfonados. Si se desea, también pueden incluirse en las composiciones generales los tensioactivos no iónicos y anfóteros convencionales tales como los alquil C_{12} - C_{18} etoxilatos ("AE"), incluidos los denominados alquil etoxilatos de pico estrecho y los alquil C_6 - C_{12} fenol alcoxilatos (especialmente los etoxilatos y los etoxi/propoxi mixtos), las betaínas y sulfobetaínas ("sultaínas") C_{12} - C_{18} , los óxidos de amina C_{10} - C_{18} y similares. También se pueden utilizar las N-alquil polihidroxiamidas C_{10} - C_{18} de ácidos grasos. Los ejemplos típicos incluyen las N-metil glucamidas C_{12} - C_{18} . Véase el documento WO 9.206.154. Otros tensioactivos derivados de azúcar incluyen las N-alcoxi polihidroxiamidas de ácido graso, tales como la C_{10} - C_{18} N-(3-metoxipropil) glucamida. Pueden utilizarse las glucamidas de N-propil a N-hexil C_{12} - C_{18} para conseguir una baja formación de jabonaduras. También pueden utilizarse jabones convencionales C_{10} - C_{20} . Si se desea una alta formación de jabonaduras, pueden utilizarse los jabones de cadena ramificada C_{10} - C_{16} . Resultan especialmente útiles las mezclas de tensioactivos aniónicos y no iónicos. Otros tensioactivos convencionales útiles se describen en los textos estándar. En una realización preferida, la pastilla comprende al menos un 5% en peso de tensioactivo, más preferiblemente al menos un 15% en peso, aún más preferiblemente al menos un 25% en peso y con máxima preferencia entre un 35% y un 45% en peso, de tensioactivo.

Aglutinantes no gelificantes

65 Los aglutinantes no gelificantes pueden ser integrados en las composiciones detergentes para facilitar adicionalmente la disolución.

Si se utilizan aglutinantes no gelificantes, los aglutinantes no gelificantes adecuados incluyen polímeros sintéticos orgánicos como los polietilenglicoles, polivinilpirrolidonas, poliacrilatos y copolímeros de acrilato hidrosolubles. En

ES 2 300 138 T3

el Handbook of Pharmaceutical Excipients, 2ª ed., se ofrece la siguiente clasificación de aglutinantes: goma arábica, ácido alginico, carbomer, carboximetilcelulosa sódica, dextrina, etilcelulosa, gelatina, goma guar, aceite vegetal hidrogenado tipo I, hidroxietilcelulosa, hidroxipropil metilcelulosa, glucosa líquida, silicato de aluminio y magnesio, maltodextrina, metilcelulosa, polimetacrilatos, povidona, alginato sódico, almidón y zeína. Los aglutinantes más preferidos tienen también una función limpiadora activa en el lavado de ropa como los polímeros catiónicos, por ejemplo, los compuestos cuaternarios de hexametilendiamina etoxilada, bishexametilen triaminas u otros como las pentaaminas, las polietilenaminas etoxiladas y los polímeros acrílico/maleico.

Los materiales aglutinantes no gelificantes preferiblemente son pulverizados y tienen, por tanto, una temperatura de punto de fusión inferior a 90°C, preferiblemente inferior a 70°C y aún más preferiblemente inferior a 50°C, para no dañar o degradar los demás ingredientes activos de la matriz. Los aglutinantes más preferidos son los aglutinantes líquidos no acuosos (es decir, que no están en solución acuosa) que se pueden pulverizar en forma fundida. Sin embargo, también pueden incorporarse a la matriz aglutinantes sólidos mediante adición en seco pero que tienen propiedades aglutinantes dentro de la pastilla.

Los materiales aglutinantes no gelificantes se usan preferiblemente en una cantidad en el intervalo de 0,1% a 15% de la composición, más preferiblemente por debajo del 5% y, especialmente si es un material activo no para lavado de ropa, en una cantidad inferior al 2% en peso de la pastilla.

Se prefieren evitar los aglutinantes gelificantes, como los tensioactivos no iónicos, en forma líquida o fundida. Los tensioactivos no iónicos y otros aglutinantes gelificantes no se excluyen de las composiciones, pero se prefiere procesarlos en las pastillas de detergente como componentes de materiales en forma de partículas y no como líquidos.

Aditivos reforzantes de la detergencia

Opcionalmente, a las composiciones de la presente invención se les pueden añadir aditivos reforzantes de la detergencia para facilitar el control de la dureza mineral. Pueden usarse aditivos reforzantes de la detergencia inorgánicos y también orgánicos. Los aditivos reforzantes de la detergencia se usan de forma típica en las composiciones para lavado de ropa para ayudar a eliminar las manchas en forma de partículas.

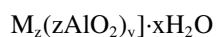
La cantidad de aditivo reforzante de la detergencia puede variar ampliamente dependiendo del uso final de la composición.

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

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

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

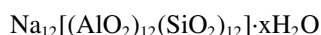
Los aditivos reforzantes de tipo aluminosilicato son útiles en la presente invención. Los aditivos reforzantes de la detergencia de tipo aluminosilicato son de gran importancia en la mayoría de las composiciones detergentes granuladas de limpieza intensiva actualmente comercializadas y pueden ser también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



ES 2 300 138 T3

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

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



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

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

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

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

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

También son adecuados en las composiciones detergentes de la presente invención los 3,3-dicarboxi-4-oxa-1,6-hexanodioatos y los compuestos relacionados descritos en US-4.566.984, concedida a Bush el 28 de enero de 1986. Los aditivos reforzantes de la detergencia de tipo ácido succínico útiles incluyen los ácidos alquil y alquenil $\text{C}_5\text{-C}_{20}$ succínicos y las sales de los mismos. Un compuesto particularmente preferido de este tipo es el ácido dodecenilsuccínico. Ejemplos específicos de aditivos reforzantes de la detergencia de tipo succinato incluyen: laurilsuccinato, miristilsuccinato, palmitilsuccinato, 2-dodecenilsuccinato (preferido), 2-pentadecenilsuccinato y similares. Los laurilsuccinatos son los aditivos reforzantes de la detergencia preferidos de este grupo y se describen en la solicitud EP-6200690.5/0.200.263, publicada el 5 de noviembre de 1986.

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

También pueden incorporarse a las composiciones ácidos grasos, por ejemplo, ácidos monocarboxílicos $\text{C}_{12}\text{-C}_{18}$, solos o junto con los susodichos aditivos reforzantes de la detergencia, especialmente citrato, y/o los aditivos reforzantes de tipo succinato para obtener una actividad reforzante adicional. Dicho uso de ácidos grasos producirá generalmente una disminución de las jabonaduras, lo que deberá ser tenido en cuenta por el formulador.

Cuando puedan utilizarse aditivos basados en fósforo y especialmente en la formulación de pastillas para lavado a mano de la colada, pueden utilizarse los diversos fosfatos de metales alcalinos, tales como los bien conocidos tripoli-fosfatos sódicos, pirofosfato sódico y ortofosfato sódico. Pueden usarse también aditivos reforzantes de la detergencia

ES 2 300 138 T3

de tipo fosfonato, tales como el etano-1-hidroxi-1,1-difosfonato y otros fosfonatos conocidos (véanse, por ejemplo, US-3.159.581, US-3.213.030, US-3422.021, US-3.400.148 y US-3.422.137).

Blanqueador

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

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

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

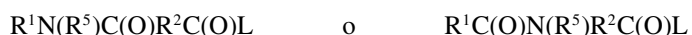
También pueden utilizarse blanqueadores peroxigenados. Entre los compuestos blanqueadores peroxigenados adecuados se encuentran el carbonato sódico peroxihidratado y blanqueadores de tipo "percarbonato" equivalentes, el pirofosfato de sodio peroxihidratado, la urea peroxihidratada y el peróxido de sodio.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

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

Pueden usarse también mezclas de agentes blanqueantes.

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

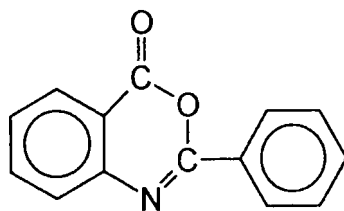
Activadores del blanqueador amidoderivados muy preferidos son los de las fórmulas siguientes:



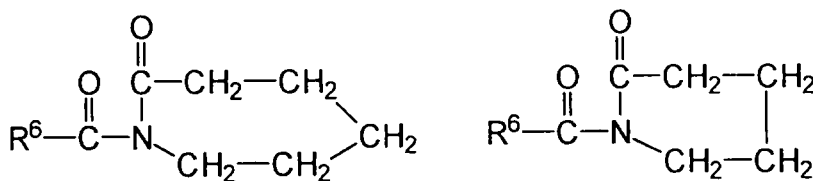
en donde R^1 es un grupo alquilo que contiene de aproximadamente 6 a aproximadamente 12 átomos de carbono, R^2 es un alquileo que contiene de 1 a aproximadamente 6 átomos de carbono, R^5 es H o alquilo, arilo o alcarilo que contiene de aproximadamente 1 a aproximadamente 10 átomos de carbono y L es cualquier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

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

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



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



en donde R^6 es H o un grupo alquilo, arilo, alcoxiarilo o alcarilo que contiene de 1 a aproximadamente 12 átomos de carbono. Los activadores lactámicos muy preferidos incluyen benzoil caprolactama, octanoil caprolactama, 3,5,5-trimetilhexanoil caprolactama, nonanoil caprolactama, decanoil caprolactama, undecenoil caprolactama, benzoil valerolactama, octanoil valerolactama, decanoil valerolactama, undecenoil valerolactama, nonanoil valerolactama, 3,5,5-tri-metilhexanoil valerolactama y mezclas de las mismas. Véase también la patente US-4.545.784, concedida a Sanderson el 8 de octubre de 1985, en la que se describen acilcaprolactamas, incluida la benzoilcaprolactama, adsorbidas en perborato sódico.

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

Si se desea, los compuestos blanqueadores pueden ser catalizados mediante un compuesto de manganeso. Dichos compuestos son bien conocidos en la técnica e incluyen, por ejemplo, los catalizadores basados en manganeso descritos en US-5.246.621, US-5.244.594; US-5.194.416; US-5.114.606 y en EP-549.271A1, EP-549.272A1, EP-544.440A2 y EP-544.490A1. Ejemplos preferidos de estos catalizadores incluyen $Mn^{IV}_2(u-O)_3(1,4,7\text{-trimetil-1,4,7-triazaciclono-nano})_2(PF_6)_2$, $Mn^{III}_2(u-O)_1(u-OAc)_2(1,4,7\text{-trimetil-1,4,7-triazaciclono-nano})_2(ClO_4)_2$, $Mn^{IV}_4(u-O)_6(1,4,7\text{-triazaciclono-nano})_4(ClO_4)_4$, $Mn^{III}Mn^{IV}_4(u-O)_1(u-OAc)_2(1,4,7\text{-trimetil-1,4,7-triazaciclono-nano})_2(ClO_4)_3$, $Mn^{IV}(1,4,7\text{-trimetil-1,4,7-triazaciclono-nano})-(OCH_3)_3(PF_6)$ y mezclas de los mismos. Otros catalizadores del blanqueador basados en metal incluyen los descritos en US-4.430.243 y US-5.114.611. El uso de manganeso con diversos ligandos complejos para reforzar el blanqueamiento también se describe en las patentes: US-4.728.455, US-5.284.944, US-5.246.612, US-5.256.779, US-5.280.117, US-5.274.147, US-5.153.161 y US-5.227.084.

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

Enzimas

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

ES 2 300 138 T3

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

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

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

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

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

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

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

Agente floculante

La composición detergente puede contener un agente floculante tipo arcilla, preferiblemente presente a un nivel de 0,005% a 10%, más preferiblemente de 0,05% a 5% y con máxima preferencia de 0,1% a 2%, en peso de la composición.

El agente floculante tipo arcilla actúa aglutinando las partículas del compuesto de arcilla en la solución de lavado, ayudando así a su deposición sobre la superficie del tejido en el lavado. Este requisito de funcionamiento es, por tanto, diferente al de los compuestos dispersantes tipo arcilla que se añaden habitualmente a las composiciones detergentes para lavado de ropa para mejorar la eliminación de manchas de arcilla de los tejidos y permitir su dispersión en la solución de lavado.

ES 2 300 138 T3

Agentes floculantes tipo arcilla preferidos en la presente invención son los materiales poliméricos orgánicos que tienen un peso promedio de 100.000 a 10.000.000, preferiblemente de 150.000 a 5.000.000 y aún más preferiblemente de 200.000 a 2.000.000.

5 Los materiales poliméricos orgánicos adecuados comprenden homopolímeros o copolímeros que contienen unidades monoméricas seleccionadas de óxido de alquileno, particularmente óxido de etileno, acrilamida, ácido acrílico, alcohol vinílico, vinilpirrolidona y etilen imina. Se prefieren los homopolímeros de, en particular, óxido de etileno, pero también los de acrilamida y ácido acrílico.

10 En las patentes EP-A-299.575 y EP-A-313.146 de The Procter and Gamble Company se describen agente floculantes poliméricos orgánicos tipo arcilla preferidos de uso en la presente invención.

Los agentes floculantes inorgánicos de arcilla también resultan adecuados en la presente invención, siendo ejemplos típicos de estos la cal y el alumbre.

15 El agente floculante está preferiblemente presente en un gránulo base detergente como, p. ej., un aglomerado, un extruido o una partícula secada por pulverización detergente que comprende generalmente uno o más tensioactivos y aditivos reforzantes de la detergencia.

20 Puede preferirse que el agente floculante también esté comprendido en la partícula o el gránulo que comprende la arcilla.

Si está presente, la relación de peso entre la arcilla y el polímero floculante es preferiblemente de 1000:1 a 1:1, más preferiblemente de 500:1 a 1:1, con máxima preferencia de 300:1 a 1:1, o incluso más preferiblemente de 80:1 a 10:1, o en ciertas aplicaciones incluso de 60:1 a 20:1.

25 Otros componentes que son habitualmente utilizados en las composiciones detergentes y que pueden ser incorporados a las pastillas de detergente incluyen agentes quelantes, agentes para liberar la suciedad, inhibidores de redeposición de la suciedad, agentes dispersantes, supresores de las jabonaduras, suavizantes de tejidos, agentes inhibidores de la transferencia de colorantes y mezclas de los mismos.

Compuestos muy solubles

35 La pastilla puede comprender un compuesto muy soluble. Tal compuesto puede formarse a partir de una mezcla o de un único compuesto. Un compuesto muy soluble se define de la forma siguiente:

Se prepara una solución como se indica a continuación, que comprende agua desionizada así como 20 gramos por litro de un compuesto específico:

40 1- Se ponen 20 g del compuesto específico en un vaso de precipitados Sotax. Este vaso de precipitados se pone en un baño a una temperatura constante regulada a 10°C. En el vaso de precipitados se coloca un agitador con hélice de modo que el fondo del agitador esté 5 mm por encima del fondo del vaso de precipitados Sotax. El mezclador se fija a una velocidad de giro de 20,9 rad/s (200 revoluciones por minuto).

45 2- Se introducen 980 g del agua desionizada en el vaso de precipitados Sotax.

3- 10 s después de introducir el agua, se mide la conductividad de la solución utilizando un medidor de la conductividad.

50 4- La etapa 3 se repite a los 20, 30, 40, 50, 1 min, 2 min, 5 min y 10 min de finalizar la etapa 2.

5- La medición tomada a los 10 min se utiliza como valor de meseta o como valor máximo.

55 Según la invención el compuesto específico es altamente soluble si la conductividad de la solución alcanza el 80% de su valor máximo en menos de 10 segundos contados a partir de la adición completa del agua desionizada al compuesto. De hecho, cuando se monitoriza la conductividad de este modo, la conductividad alcanza una meseta al cabo de un cierto tiempo, siendo considerada esta meseta como el valor máximo. Tal compuesto está preferiblemente en forma de un material fluido constituido por partículas sólidas a temperaturas comprendidas entre 10 y 80°C para proporcionar un manejo fácil, aunque también pueden utilizarse otras formas, como una pasta o un líquido.

60 Ejemplos de compuestos muy solubles incluyen el diisovalbencenosulfonato sódico (DIBS) o el toluensulfonato sódico.

Efecto cohesivo

65 La pastilla puede comprender un compuesto con un efecto cohesivo sobre el material en forma de partículas de una matriz detergente que forma la pastilla. El efecto cohesivo sobre el material en forma de partículas de una matriz detergente que forma la pastilla o una capa de la pastilla está caracterizado por la fuerza necesaria para romper

una pastilla o una capa basada en una compresión de la matriz detergente examinada en condiciones de compresión controladas. Para una determinada fuerza de compresión, la presencia de una resistencia elevada de la pastilla o de la capa indica que los gránulos se aglomeraron fuertemente cuando fueron comprimidos existiendo, por tanto, un fuerte efecto cohesivo. Medios para valorar la resistencia de la pastilla o de la capa (también mencionada como tensión de fractura diametral) se presentan en Pharmaceutical dosage forms: Tablets, vol. 1ª ed. H.A. Lieberman y col., publicado en 1989.

El efecto cohesivo se mide comparando la resistencia de la pastilla o de la capa del polvo base original sin compuesto que tiene efecto cohesivo frente a la resistencia de la pastilla o de la capa de una mezcla de polvos que comprende 97 partes del polvo base original y 3 partes del compuesto que tiene efecto cohesivo. El compuesto que tiene efecto cohesivo se añade preferiblemente a la matriz en una forma prácticamente exenta de agua (contenido de agua inferior al 10% [preferiblemente inferior al 5%]). La temperatura de la adición es de 10 a 80°C, más preferiblemente de 10 a 40°C.

Según la invención, se dice que un compuesto tiene un efecto cohesivo sobre el material en forma de partículas cuando, al aplicar una fuerza de compactación dada de 3.000 N, en las pastillas con un peso de 50 g de material detergente en forma de partículas y un diámetro de 55 mm aumenta la resistencia a la tracción en más de 30% (preferiblemente 60% y más preferiblemente 100%) gracias a la presencia en el material base en forma de partículas de 3% del compuesto que tiene efecto cohesivo.

Un ejemplo de un compuesto con efecto cohesivo es el diisooalquilbencenosulfonato sódico.

Cuando se integra un compuesto muy soluble que también tiene un efecto cohesivo sobre el material en forma de partículas utilizado para una pastilla o capa formada comprimiendo un material en forma de partículas que comprende un tensioactivo, la disolución de la pastilla o capa en una solución acuosa aumenta significativamente.

En una realización preferida, al menos 1% en peso de una pastilla o capa se forma a partir del compuesto muy soluble, más preferiblemente al menos 2%, incluso más preferiblemente al menos 3% y con máxima preferencia al menos 5%, en peso de la pastilla o capa se forma a partir del compuesto muy soluble que tiene un efecto cohesivo sobre el material en forma de partículas.

Cabe destacar que una composición que comprende un compuesto muy soluble así como un tensioactivo se describe en EP-A-0 524 075, siendo esta composición una composición líquida.

Un compuesto muy soluble que tiene un efecto cohesivo sobre el material en forma de partículas permite obtener una pastilla con una resistencia a la tracción superior a una fuerza de compactación constante o con una resistencia a la tracción igual a una fuerza de compactación inferior, en comparación con las pastillas tradicionales. De forma típica, una pastilla entera tendrá una resistencia a la tracción de más de 5 kPa, preferiblemente de más de 10 kPa, más preferiblemente, y en particular para su uso en aplicaciones de lavado de ropa, de más de 15 kPa, incluso más preferiblemente de más de 30 kPa y con máxima preferencia de más de 50 kPa, y en particular para usar en aplicaciones de lavado de vajillas o de lavado en lavavajillas; y una resistencia a la tracción de menos de 300 kPa, preferiblemente de menos de 200 kPa, más preferiblemente de menos de 100 kPa, incluso más preferiblemente de menos de 80 kPa y con máxima preferencia de menos de 60 kPa. De hecho, en el caso de aplicaciones de lavado de ropa, las pastillas deberían estar menos comprimidas que en el caso de las aplicaciones para lavavajillas, por ejemplo, en donde la disolución se consigue con más facilidad, de manera que en una aplicación de lavado la resistencia a la tracción es preferiblemente de menos de 30 kPa.

Esto permite producir pastillas o capas que tienen una solidez y una resistencia mecánica similares a la solidez o la resistencia mecánica de las pastillas tradicionales pero al mismo tiempo son menos compactas y se disuelven más fácilmente. Además, como el compuesto es muy soluble, la disolución de la pastilla o capa se facilita adicionalmente dando lugar a una sinergia que facilita la disolución de la pastilla según la invención.

Fabricación de la pastilla

La pastilla puede comprender varias capas. Cuando se fabrica una única capa, la capa puede ser considerada como la propia pastilla.

Las pastillas de detergente pueden prepararse simplemente mezclando los ingredientes sólidos y comprimiendo la mezcla en una prensa para pastillas convencional como las que se utilizan, por ejemplo, en la industria farmacéutica. Preferiblemente los ingredientes principales, en especial los tensioactivos gelificantes, se utilizan en forma de partículas. Cualquier ingrediente líquido, por ejemplo un tensioactivo o un supresor de las jabonaduras, puede incorporarse de manera convencional a los ingredientes sólidos en forma de partículas.

En el caso particular de las pastillas para lavado de ropa, los ingredientes como el aditivo reforzante de la detergencia y el tensioactivo se pueden secar por pulverización de forma convencional y compactar a continuación a una presión adecuada. Preferiblemente, las pastillas según la invención se comprimen utilizando una fuerza de menos de 100.000 N, más preferiblemente de menos de 50.000 N, aún más preferiblemente de menos de 5.000 N y con máxima preferencia de menos de 3.000 N. De hecho, la realización más preferida es una pastilla adecuada para lavado de

ES 2 300 138 T3

ropa comprimida fabricada utilizando una fuerza de menos de 2.500 N, pero también pueden contemplarse pastillas para lavavajillas, por ejemplo, en donde dichas pastillas para lavavajillas están normalmente más comprimidas que las pastillas para lavado de ropa.

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

Los componentes del material en forma de partículas pueden mezclarse por cualquier medio convencional. El proceso de mezclado discontinuo puede realizarse de forma adecuada, por ejemplo, con una mezcladora horizontal, un mezclador Nauta, un mezclador de cinta o cualquier otro mezclador. De forma alternativa el proceso de mezclado se puede realizar de forma continua dosificando en peso y dispensando cada componente sobre una cinta en movimiento y mezclando los componente en uno o más tambores o mezcladores. Puede rociarse un aglutinante no gelificante sobre la mezcla de algunos, o de todos, los componentes del material en forma de partículas. También pueden pulverizarse otros ingrediente líquidos sobre la mezcla de los componentes, bien por separado o premezclados. Por ejemplo, se pueden pulverizar perfume y suspensiones acuosas de abrillantadores ópticos. Puede añadirse un fluidificante finamente dividido (lubricantes como zeolitas, carbonatos, sílices) al material en forma de partículas tras pulverizar el aglutinante, preferiblemente al final del proceso, para conseguir que la mezcla sea menos pegajosa.

Las pastillas se pueden fabricar utilizando cualquier proceso de compactación como compresión, briqueteado o extrusión, preferiblemente compresión. Los equipos adecuados incluyen una prensa de un émbolo estándar o una prensa rotatoria (como Courtoy®, Korch®, Manesty® o Bonals®). Las pastillas preparadas según esta invención preferiblemente tienen un diámetro de entre 20 mm y 60 mm, preferiblemente de al menos 35 y hasta 55 mm y un peso de entre 25 y 100 g. La relación entre la altura y el diámetro (o anchura) de la pastilla es preferiblemente mayor que 1:3, más preferiblemente mayor que 1:2. La presión de compactación utilizada para preparar estas pastillas no necesita superar 100.000 kN/m², preferiblemente no necesita superar 30.000 kN/m², más preferiblemente no necesita superar 5.000 kN/m², incluso más preferiblemente no necesita superar 3.000 kN/m² y con máxima preferencia no necesita superar 1.000 kN/m². En una realización preferida según la invención, la pastilla tiene una densidad de al menos 0,9 g/cc, más preferiblemente de al menos 1,0 g/cc y preferiblemente de menos de 2,0 g/cc, más preferiblemente de menos de 1,5 g/cc, aún más preferiblemente de menos de 1,25 g/cc y con máxima preferencia de menos de 1,1 g/cc.

Las pastillas multicapa son de forma típica conformadas en prensas rotatorias colocando las matrices de cada capa, una después de la otra, en frascos de alimentación forzada de matrices. A medida que el proceso continúa, las capas de la matriz son después comprimidas juntas en las estaciones de las etapas de compresión previa y compresión para formar la pastilla multicapa. En algunas prensas rotatorias también es posible comprimir la primera capa alimentada antes de comprimir toda la pastilla.

Compuesto hidrótopo

Un compuesto muy soluble con efecto cohesivo puede ser integrado en una pastilla de detergente, siendo este compuesto también un compuesto hidrótopo. Este compuesto hidrótopo puede ser generalmente utilizado para favorecer la disolución del tensioactivo y evitar la gelificación. Un compuesto específico se define como hidrótopo de la forma siguiente (ver S.E. Friberg y M. Chiu, J. Dispersion Science and Technology, 9(5&6), pags. 443-457, [1988-1989]):

1. Se prepara una solución que comprende 25% en peso del compuesto específico y 75% en peso de agua.
2. Después se añade ácido octanoico a la solución en una proporción de 1,6 veces el peso del compuesto específico en solución, estando la solución a una temperatura de 20°C. La solución se mezcla en un vaso de precipitados Sotax con un agitador con hélice que está situado aproximadamente 5 mm sobre el fondo del vaso de precipitados y fijado el mezclador a una velocidad de giro de 20,9 rad/s (200 revoluciones por minuto).
3. El compuesto específico es hidrótopo si el ácido octanoico está completamente disuelto, es decir, si la solución comprende sólo una fase, siendo esta fase una fase líquida.

Caber destacar que en una realización preferida de la invención, el compuesto hidrótopo es un material fluido hecho de partículas sólidas en unas condiciones de operación de entre 15 y 60°C.

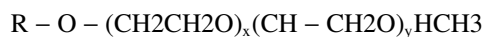
Los compuestos hidrótopos incluyen los compuestos indicados a continuación:

ES 2 300 138 T3

Una lista de hidrótopos comerciales se encuentra en Emulsifiers and Detergents de McCutcheon, publicado por la división McCutcheon de Manufacturing Confectioners Company.

Los compuestos de interés también incluyen:

1. Hidrótopo no iónico con la siguiente estructura:

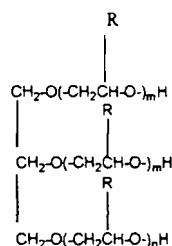


donde R es una cadena alquílica C8-C10, x es de 1 a 15 e y de 3 a 10.

2. Hidrótopos aniónicos tales como arilsulfonatos de metal alcalino. Se incluyen sales de metal alcalino de ácido benzoico, ácido salicílico, ácido bencenosulfónico y sus múltiples derivados, ácido naftoico y diferentes ácidos hidroaromáticos. Ejemplos de estos son las sales bencenosulfonato de sodio, potasio y amonio derivadas del ácido toluensulfónico, ácido xilensulfónico, ácido cumensulfónico, ácido tetralinsulfónico, ácido naftalensulfónico, ácido metil-naftalensulfónico, ácido dimetil naftalensulfónico y ácido trimetil naftalensulfónico.

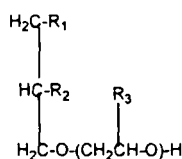
Otros ejemplos incluyen sales del ácido dialquil bencenosulfónico tales como sales de ácido di-isopropilbencenosulfónico, ácido etil metilbencenosulfónico, ácido alquilbencenosulfónico con una longitud de cadena alquílica de 3 a 10 carbonos, (preferiblemente de 4 a 9 carbonos) y alquilsulfonatos lineales o ramificados con una cadena alquílica de 1 a 18 carbonos.

3. Disolventes hidrótopos tales como glicerinas alcoxladas y glicéridos alcoxlados, ésteres de glicerinas alcoxladas, ácidos grasos alcoxlados, ésteres de glicerina, ésteres de poliglicerol. Las glicerinas alcoxladas preferidas tienen la siguiente estructura:



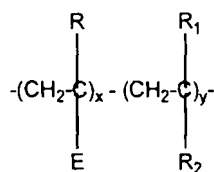
donde l, m y n son cada uno un número de 0 a aproximadamente 20, l+m+n = de aproximadamente 2 a aproximadamente 60, preferiblemente de aproximadamente 10 a aproximadamente 45, y R representa H, CH₃ o C₂H₅.

Los glicéridos alcoxlados preferidos tienen la siguiente estructura:



donde R₁ y R₂ son cada uno C_nCOO o -(CH₂CHR₃-O)-H donde R₃ = H, CH₃ o C₂H₅ y l es un número de 1 a aproximadamente 60, n es un número de aproximadamente 6 a aproximadamente 24.

4. Hidrótopos poliméricos tales como los descritos en EP636687:



ES 2 300 138 T3

en donde

E es un grupo funcional hidrófilo,

R es H, un grupo alquilo C1-C10 o un grupo funcional hidrófilo;

R1 es H, un grupo alquilo inferior o un grupo aromático,

R2 es H, un grupo alquilo cíclico o un grupo aromático.

El polímero de forma típica tiene un peso molecular de entre aproximadamente 1.000 y 1.000.000.

5. Hidrótopo de estructura no habitual tal como el ácido 5-carboxi-4-hexil-2-ciclohexeno-1-il octanoico (Diacid®).

El uso de este compuesto en la invención aumentaría adicionalmente la velocidad de disolución de la pastilla ya que, por ejemplo, un compuesto hidrótopo facilita la disolución de los tensioactivos. Tal compuesto puede formarse a partir de una mezcla o de un único compuesto.

Resistencia a la tracción

A efectos de medir la resistencia a la tracción de una capa, puede considerarse la capa como la propia pastilla.

Dependiendo de la composición de la materia prima y de la forma de las pastillas, la fuerza de compactación utilizada puede ajustarse para que no afecte a la resistencia a la tracción y al tiempo de desintegración en la lavadora. Este procedimiento se puede utilizar para preparar pastillas homogéneas o laminares de cualquier tamaño y forma.

En una pastilla cilíndrica, la resistencia a la tracción equivale a la tensión de fractura diametral (DFS) que es una forma de expresar la resistencia de una pastilla o capa y se determina mediante la siguiente ecuación:

$$\text{Resistencia a la tracción} = 2 F / \pi D t$$

en donde F es la fuerza máxima (newtons) que produce el fallo de tracción (fractura) medida en un analizador de dureza de pastillas VK 200 de Van Kell industries, Inc. D es el diámetro de la pastilla o capa y t el espesor de la pastilla o capa. Para una pastilla no redonda, πD puede simplemente ser sustituido por el perímetro de la pastilla.

(Method Pharmaceutical Dosage Forms: Tablets, vol. 2, págs. 213 a 217). Una pastilla con una tensión de fractura diametral inferior a 20 kPa se considera que es frágil por lo que es probable que al consumidor le lleguen algunas pastillas rotas. Se prefiere una tensión de fractura diametral mínima de 25 kPa.

Esto se aplica de manera similar a las pastillas no cilíndricas para definir la resistencia a la tracción, en donde la sección transversal normal a la altura de la pastilla no es redondeada y en donde la fuerza se aplica a lo largo de una dirección perpendicular a la dirección de la altura de la pastilla y normal al lado de la pastilla, estando el lado perpendicular a la sección transversal no redondeada.

Dispensado de la pastilla

La velocidad de dispensación de una pastilla de detergente puede determinarse de la siguiente manera:

Se pesan dos pastillas, con un peso nominal de 50 gramos cada una, y se colocan en el dispensador de una lavadora Baucknecht® WA9850. La entrada de agua a la lavadora de ropa se fija a una temperatura de 20°C y una dureza de 21 granos por 3,8 l (galón), estando fijado el caudal de entrada de agua del dispensador a 8 l/min. Se verifica el nivel de residuos de pastilla que quedan en el dispensador encendiendo la lavadora y poniendo el ciclo de lavado en el programa de lavado 4 (blanco/color, ciclo corto). El residuo porcentual de dispensado se determina de la manera siguiente:

$$\% \text{ dispensado} = \text{peso del residuo} \times 100 / \text{peso de la pastilla original}$$

La cantidad de residuos se determina repitiendo el procedimiento 10 veces y calculando el promedio de la cantidad de residuos de las diez determinaciones individuales. En esta prueba de esfuerzo, un residuo de un 40% del peso inicial de la pastilla se considera aceptable. Un residuo de menos de un 30% es preferible y menos de un 25% es más preferible aún.

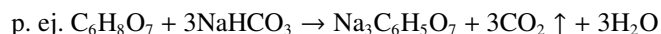
Cabe destacar que la medida de dureza del agua se expresa en la unidad tradicional “grano por 3,8 l (galón)”, donde 0,001 moles por litro = 7,0 granos por 3,8 l (galón), que representa la concentración de iones Ca^{2+} en solución.

ES 2 300 138 T3

Agente efervescente

Las pastillas de detergente pueden también comprender un agente efervescente.

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



10

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

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

20

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

25

Puede proporcionarse una ayuda de disolución adicional utilizando compuestos como el acetato sódico o la urea. Puede encontrarse también una lista de coadyuvantes de la disolución Pharmaceutical Dosage Forms: Tablets, volumen 1, 2ª edición, editado por H.A. Lieberman y col. ISBN 0-8247-8044-2.

30 *Recubrimiento*

La solidez de una pastilla puede mejorarse preparando una pastilla recubierta, en donde el recubrimiento cubre una pastilla no recubierta mejorando así las características mecánicas de la pastilla y manteniendo al mismo tiempo o mejorando adicionalmente la disolución.

35

Esto se aplica de forma muy ventajosa a las pastillas multi-capa en donde las características mecánicas de una capa más elástica pueden ser transmitidas a través del recubrimiento al resto de la pastilla, combinando así la ventaja del recubrimiento con la ventaja de una capa más elástica. De hecho, se transmitirán limitaciones mecánicas a través del recubrimiento mejorando así la integridad mecánica de la pastilla.

40

En una realización de la presente invención, las pastillas pueden recubrirse de manera que la pastilla no absorba humedad o absorba humedad únicamente a una velocidad muy reducida. El recubrimiento también es lo suficientemente resistente como para que los choques mecánicos moderados a los que se ven sometidos las pastillas durante la manipulación, el acondicionamiento y el transporte sólo produzcan niveles muy bajos de rotura o desgaste. Finalmente el recubrimiento es preferiblemente quebradizo de manera que la pastilla se rompa rápidamente al ser sometida a un choque mecánico más fuerte. Asimismo, resulta ventajoso que el material de recubrimiento se disuelva en condiciones alcalinas o que sea fácilmente emulsionado por los tensioactivos. Esto contribuye a evitar el problema de los residuos visibles en la ventana de una lavadora de carga frontal durante el ciclo de lavado y también evita la deposición de partículas no disueltas o de grumos de material de recubrimiento en la carga de ropa.

50

La hidrosolubilidad se mide mediante el protocolo de prueba ASTM E1148-87 titulado "Método de ensayo estándar para la determinación de la hidrosolubilidad".

- 55 La fractura del recubrimiento durante el lavado se mejora añadiendo un disgregante en el recubrimiento. Este disgregante se hinchará al entrar en contacto con el agua y romperá el recubrimiento en pequeños trozos. Esto favorecerá la disolución del recubrimiento en la solución de lavado. De forma típica, el disgregante es suspendido en la masa fundida del recubrimiento a un nivel de hasta 30%, preferiblemente de entre 5% y 20% y con máxima preferencia de entre 5% y 10%, en peso.

- 60 El compuesto mineral de arcilla, como se ha descrito anteriormente, es un disgregante de uso en la presente invención.

- Otros posibles disgregantes que pueden ser utilizados además de la arcilla disgregante se describen en Handbook of Pharmaceutical Excipients (1986). Ejemplos de disgregantes adecuados incluyen almidones: almidones naturales, modificados o pregelatinizados, gluconato sódico de almidón; gomas: goma agar, goma guar, goma de algarrobo, goma karaya, goma pectina, goma tragacanto; croscarmelosa sódica, crospovidona, celulosa, carboximetil celulosa, ácido alginico y sus sales incluyendo alginato sódico, dióxido de sílica, arcilla, polivinilpirrolidona, polisacáridos de soja, resinas de intercambio iónico, polímeros que contienen grupos catiónicos (p. ej. amonio cuaternario), poliacrilatos

65

ES 2 300 138 T3

sustituídos con amina, aminoácidos catiónicos polimerizados tales como poli-L-lisina, clorhidrato de polialilamina) y mezclas de los mismos.

5 Preferiblemente, el material de recubrimiento tiene un punto de fusión de al menos 40°C, preferiblemente de 40°C a 200°C.

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

10 Preferiblemente, el material de recubrimiento que tiene un punto de fusión de al menos 40°C es un ácido. Los ácidos que tienen una temperatura de fusión de al menos 40°C son, por ejemplo, los ácidos dicarboxílicos. Los ácidos dicarboxílicos especialmente adecuados se seleccionan del grupo que consiste en ácido oxálico, ácido malónico, ácido succínico, ácido glutárico, ácido adípico, ácido pimélico, ácido subérico, ácido azelaico, ácido sebácico, ácido undecanodioico, ácido dodecanodioico y ácido tridecanodioico y mezclas de los mismos. El más preferido es el ácido
15 adípico.

Más preferiblemente, el recubrimiento comprende una estructura cristalizada. El término cristalizado significa que el recubrimiento comprende un material que es sólido a temperatura ambiente (25°C) y tiene una estructura que presenta un cierto orden. Esto puede ser detectado de forma típica mediante técnicas de cristalografía habituales como, p. ej. análisis por rayos X, en el propio material. En una realización más preferida, el material que forma la estructura
20 cristalizada no cristaliza o lo hace sólo parcialmente con el componente opcional que es líquido a 25°C mencionado anteriormente. De hecho, se prefiere que el componente opcional permanezca en estado líquido a 25°C en la estructura cristalina del recubrimiento para proporcionar flexibilidad a la estructura y resistencia a la tensión mecánica. Con máxima preferencia, el ácido antes mencionado que tiene una temperatura de fusión de al menos 40°C comprende una
25 estructura cristalizada.

Evidentemente, los materiales prácticamente insolubles con un punto de fusión inferior a 40°C no son suficientemente sólidos a temperatura ambiente y se ha observado que los materiales que tienen un punto de fusión superior a aproximadamente 200°C no pueden ser utilizados. Preferiblemente, un ácido con un punto de fusión superior a 90°C
30 tal como el ácido azelaico, el ácido sebácico o el ácido dodecanodioico. Sin embargo, para los fines de la presente invención, el uso del ácido sebácico es menos preferido ya que proporciona un olor negativo al producto resultante. Según la invención, se ha descubierto que un ácido que tiene un punto de fusión de más de 145°C tal como el ácido adípico resulta ser especialmente adecuado.

35 El recubrimiento se puede aplicar de diferentes formas. Dos métodos de recubrimiento preferidos son a) recubrimiento con un material fundido y b) recubrimiento con una solución del material.

En a) el material de recubrimiento se aplica a una temperatura superior a su punto de fusión y se solidifica sobre la pastilla. En b) el recubrimiento se aplica en forma de solución y se seca el disolvente para dejar un recubrimiento
40 uniforme. El material prácticamente insoluble se puede aplicar a la pastilla, por ejemplo, mediante pulverización o inmersión. Normalmente, cuando el material fundido se pulveriza sobre la pastilla, éste solidifica rápidamente formando un recubrimiento uniforme. Cuando las pastillas se sumergen en el material fundido y después se sacan, el rápido enfriamiento vuelve a producir una rápida solidificación del material de recubrimiento. Durante la fase de solidificación el recubrimiento sufre una cierta tensión interna (p. ej. encogimiento al enfriar) y una cierta tensión externa (p. ej. relajación de la pastilla). Esto probablemente causará algunas grietas en la estructura tales como fragmentación
45 de bordes si el material de recubrimiento es demasiado quebradizo para resistir esta tensión mecánica, que es el caso cuando el recubrimiento se realiza únicamente con componentes sólidos a 25°C. Por tanto, se prefiere que el recubrimiento comprenda un componente que sea líquido a 25°C. Por tanto, se cree que este componente líquido permitirá al recubrimiento resistir y absorber mejor la tensión mecánica haciendo que la estructura del recubrimiento sea más flexible. El componente que es líquido a 25°C es preferiblemente añadido al material de recubrimiento en porcentajes
50 de menos de 10% en peso, más preferiblemente de menos de 5% en peso y con máxima preferencia de menos de 3% en peso, del recubrimiento. El componente que es líquido a 25°C es preferiblemente añadido al material de recubrimiento en porcentajes de más de 0,1% en peso, más preferiblemente de más de 0,3% en peso y con máxima preferencia de más de 0,5% en peso, del recubrimiento.

55 Ejemplos de componentes opcionales que son líquidos a 25°C incluyen polietilenglicoles, aceite térmico, aceite de silicona, ésteres de ácidos dicarboxílicos, ácidos monocarboxílicos, parafina, triacetina, perfumes o soluciones alcalinas. Por ejemplo, se han obtenido resultados especialmente buenos utilizando solución de NaOH como solución alcalina.

60 Se prefiere que la estructura de los componentes que son líquidos a 25°C esté cerca del material que forma la estructura cristalizada de forma que la estructura no resulte excesivamente alterada.

En otra realización, el componente opcional que es líquido a 25°C puede de forma ventajosa tener una funcionalidad en el lavado de ropa, por ejemplo el aceite de silicona, que proporciona ventajas de supresión de las jabonaduras, o el aceite perfumado. Si está presente, el aceite perfumado puede ser la composición de perfume como se ha descrito
65 en la presente memoria, o una composición de perfume diferente a la ya contenida en la pastilla, siempre que contenga menos de 0,6% en peso de bases de Schiff.

ES 2 300 138 T3

El recubrimiento también puede comprender materiales que no sean el componente opcional que es líquido a 25°C. Por tanto, más preferida es la adición de fibras de refuerzo al recubrimiento para reforzar adicionalmente la estructura.

En una realización más preferida, la estructura cristalizada se fabrica con ácido adípico, en donde el componente que es líquido a 25°C es comercializado con el nombre Coasol™ por Chemoxy International y es una mezcla de ésteres de di-isobutilo de los ácidos glutárico, succínico y adípico. La ventaja del uso de este componente es la buena dispersión en el ácido adípico para proporcionar flexibilidad. Cabe destacar que la desintegración del ácido adípico resulta mejorada adicionalmente por el contenido de adipato del Coasol™.

Según una realización preferida de la invención, el recubrimiento comprende un ácido que tiene una temperatura de fusión de al menos 145°C, tal como el ácido adípico por ejemplo, así como una arcilla, tal como una arcilla bentonita por ejemplo, donde la arcilla se utiliza como un disgregante y también para hacer que la estructura del ácido adípico sea más favorable para la penetración del agua, mejorando así la dispersión del ácido adípico en un medio acuoso. Se prefieren las arcillas presentes en el recubrimiento y que tienen un tamaño de partículas de menos de 75 μm , más preferiblemente de menos de 53 μm , para obtener el efecto deseado en la estructura del ácido. Las arcillas preferidas son las arcillas tipo bentonita. De hecho el ácido tiene un punto de fusión tal que los disgregantes celulósicos tradicionales sufren una degradación térmica durante el proceso de recubrimiento, mientras que estas arcillas resultan ser más termoestables. Además, los disgregantes celulósicos tradicionales tales como Nymcel™, por ejemplo, adquieren una coloración marrón a estas temperaturas.

En otra realización preferida, el recubrimiento también comprende fibras de refuerzo. Se ha descubierto que estas fibras mejoran adicionalmente la resistencia del recubrimiento a la tensión mecánica y minimizan la ocurrencia de defectos de fragmentación. Estas fibras tienen preferiblemente una longitud de al menos 100 μm , más preferiblemente de al menos 200 μm y con máxima preferencia de al menos 250 μm , para poder reforzar la estructura. Estas fibras preferiblemente tienen una longitud de menos de 500 μm , más preferiblemente de menos de 400 μm y con máxima preferencia de menos de 350 μm , para no afectar a la dispersión del recubrimiento en un medio acuoso. Los materiales que pueden utilizarse para estas fibras incluyen rayón de viscosa, nylon natural, nylon sintético (poliamida de tipos 6 y 6,6), acrílico, poliéster, algodón y derivados de celulosa tales como CMCs. El más preferido es un material celulósico comercializado con la marca registrada Solka-Floc™ por Fibers Sales & Development. Cabe destacar que estas fibras no necesitan normalmente una compresión previa para reforzar la estructura de recubrimiento. Estas fibras son preferiblemente añadidas a un nivel de menos de 5% en peso, más preferiblemente de menos de 3% en peso, del recubrimiento. Estas fibras son preferiblemente añadidas a un nivel de más de 0,5% en peso, más preferiblemente de más de 1% en peso, del recubrimiento.

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

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

Proceso

Un proceso preferido para fabricar una pastilla según la invención comprende las etapas de:

- (a) conformar un núcleo comprimiendo un material en forma de partículas, comprendiendo el material en forma de partículas tensioactivo y aditivo reforzante de la detergencia;
 - (b) aplicar un material de recubrimiento al núcleo, estando el material de recubrimiento en forma de masa fundida;
 - (c) dejar que el material de recubrimiento fundido se solidifique;
- caracterizado porque el recubrimiento comprende una arcilla.

Otro proceso preferido para fabricar una pastilla según la invención comprende las etapas de:

- (a) conformar un núcleo comprimiendo un material en forma de partículas, en donde el material en forma de partículas comprende tensioactivo y aditivo reforzante de la detergencia;
 - (b) aplicar un material de recubrimiento al núcleo, estando el material de recubrimiento disuelto en un disolvente o agua;
 - (c) dejar evaporar el disolvente o el agua;
- caracterizado porque el recubrimiento comprende una arcilla.

Los compuestos anteriormente descritos para un producto están de forma ventajosa envasados en un sistema de envasado.

ES 2 300 138 T3

Un sistema de envasado puede formarse a partir de una hoja de material flexible. Los productos adecuados para usar como lámina flexible incluyen películas monocapa laminares o co-extruidas. Estas películas pueden comprender diferentes componentes, tales como polietileno, polipropileno, poliestireno o tereftalato de polietileno. Preferiblemente, el sistema de envasado está compuesto por una película co-extruida de polietileno y polipropileno biorientado con un MVTR de menos de 5 g/día/m². El MVTR del sistema de envasado es preferiblemente de menos de 10 g/día/m², más preferiblemente de menos de 5 g/día/m². La película (2) puede tener diferentes espesores. El espesor debería de forma típica ser de entre 10 y 150 µm, preferiblemente de entre 15 y 120 µm, más preferiblemente de entre 20 y 100 µm, incluso más preferiblemente de entre 25 y 80 µm y con máxima preferencia de entre 30 y 40 µm.

Un material de envasado preferiblemente comprende una capa barrera que de forma típica se encuentra en los materiales de envasado que tienen una baja velocidad de transmisión de oxígeno, de forma típica de menos de 300 cm³/m²/día, preferiblemente de menos de 150 cm³/m²/día, más preferiblemente de menos de 100 cm³/m²/día, incluso más preferiblemente de menos de 50 cm³/m²/día y con máxima preferencia de menos de 10 cm³/m²/día. Los materiales típicos que tienen estas propiedades barrera incluyen polipropileno biorientado, tereftalato de polietileno, nylon, poli(alcohol etilenvinílico) o materiales laminados que comprenden uno de estos, así como SiOx (óxidos de silicio) u hojas metálicas como, por ejemplo, láminas de aluminio. Este tipo de material de acondicionamiento puede tener un efecto beneficioso sobre la estabilidad del producto, por ejemplo, durante el almacenamiento.

Entre los métodos de acondicionamiento utilizados se encuentran de forma típica los métodos de envoltura descritos en WO92/20593, incluyendo la envoltura de tipo flow-wrap (almohada) o la de tipo sobre-envoltura. Cuando se utilizan estos procesos, se proporciona una junta longitudinal que puede ser una junta fina o una junta solapada, después de lo cual un primer extremo del sistema de envasado es cerrado con una primera junta terminal y después se cierra el segundo extremo con una segunda junta terminal. El sistema de envasado puede comprender un medio de cierre repetido como se describe en WO92/20593. En particular, el uso de un dispositivo de giro, un sellado en frío o un adhesivo resulta especialmente adecuado. De hecho, puede aplicarse una banda de sellado en frío o una banda de adhesivo a la superficie del sistema de envasado en una posición adyacente al segundo extremo del sistema de envasado de manera que esta banda puede proporcionar la junta inicial y el cierre posterior del sistema de envasado. En este caso, el adhesivo o la banda de cierre en frío pueden corresponder a una zona que tiene una superficie cohesiva, es decir, una superficie que se adherirá sólo a otra superficie cohesiva. Estos medios para cierres posteriores pueden comprender también espaciadores que evitan una adhesión no deseada. Estos separadores se describen en WO 95/13225, publicada el 18 de mayo de 1995. También puede existir una pluralidad de separadores y una pluralidad de tiras de material adhesivo. El principal requisito es que la comunicación entre el exterior y el interior del embalaje sea mínima, incluso después de la primera apertura del sistema de envasado. Puede utilizarse un sellado en frío y en particular una rejilla de sellado en frío, estando el sellado en frío adaptado para facilitar la apertura del sistema de envasado.

Ejemplos

El siguiente es un ejemplo no limitativo de una composición de perfume A adecuada que es utilizada en los siguientes ejemplos 1 y 2 no limitativos de pastilla de detergente según la presente invención:

Componente de perfume	Perfume (%) Composición
Geraniol	5,0
Citronelol	5,0
Acetato de 4 t-butilciclohexilo	5,0
Alcohol fenil etílico	10,0
Acetato de hexahidro-4,7-metano-inden-5-ilo comercializado con el nombre Cyclacet	6,0
Acetato de citronelilo	2,5
Acetato de geranilo	2,5
Aldehído hexilcinámico	4,5
Para-hidroxifenil butanona	3,0
PT Bucinal	24,0

ES 2 300 138 T3

Metil ionona	10,0
Rosalva	2,0
Dihidrojasmonato de metilo	7,0
Aldehído undecilénico	0,5
Metilisobutenil tetrahidropirano	1,0
Acetato de orto-t-butil ciclohexilo	6,0
Salicilato de hexilo	6,0
Total	100,0

Abreviaturas utilizadas en los siguientes ejemplos 1-6 de composiciones detergentes

En las composiciones detergentes, las identificaciones abreviadas de los componentes tienen los significados siguientes:

Los aglomerados aniónicos 1 comprenden 40% de tensioactivo aniónico, 27% de zeolita y 33% de carbonato.

Los aglomerados aniónicos 2 comprenden 40% de tensioactivo aniónico, 28% de zeolita y 32% de carbonato.

El aglomerado no iónico comprende 26% de tensioactivo no iónico, 6% de Lutensit K-HD 96, 40% de acetato sódico anhidro, 20% de carbonato y 8% de zeolita.

Los aglomerados catiónicos comprenden 20% de tensioactivo catiónico, 56% de zeolita y 24% de sulfato.

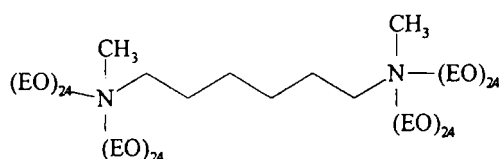
El silicato laminar comprende 95% de SKS 6 y 5% de silicato.

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

Las partículas de sal sódica del ácido etilendiamino-N,N-disuccínico/sulfato comprenden 58% de sal sódica de ácido etilendiamino-N,N-disuccínico, 23% de sulfato y 19% de agua.

El supresor de las jabonaduras comprende 11,5% de aceite de silicona (de Dow Corning); 59% de zeolita y 29,5% de agua.

El sistema de pulverizado de aglutinante comprende 16% en peso de polímero del siguiente tipo:



68% en peso de: PEG4000 y 16% en peso de: DIBS (diisovalquibencenosulfonato sódico o sulfonato sódico de tolueno).

Abreviaturas utilizadas en los siguientes ejemplos 7 de composiciones detergentes

En las composiciones detergentes, las identificaciones abreviadas de los componentes tienen los significados siguientes:

LAS : Alquil C₁₁₋₁₃ bencenosulfonato sódico lineal

TAS : Seboalquilsulfato sódico

C_xyAS : Alquil C_{1x}-C_{1y} sulfato sódico

C46SAS : (2,3) alquil C₁₄-C₁₆ sulfato sódico secundario

ES 2 300 138 T3

	CxyEzS	: Alquil C _{1x} -C _{1y} sulfato sódico condensado con z moles de óxido de etileno
	CxyEz	: Alcohol C _{1x} -C _{1y} primario predominantemente lineal condensado con un promedio de z moles de óxido de etileno
5	QAS	: R ₂ .N ⁺ (CH ₃) ₂ (C ₂ H ₄ OH) con R ₂ = C ₁₂ -C ₁₄
	QAS 1	: R ₂ .N ⁺ (CH ₃) ₂ (C ₂ H ₄ OH) con R ₂ = C ₈ -C ₁₁
10	SADS	: Alquil C ₁₄ -C ₂₂ disulfato sódico de fórmula 2-(R).C ₄ H ₇ .-1,4-(SO ₄) ₂ donde R = C ₁₀ -C ₁₈
	SADE2S	: Alquil C ₁₄ -C ₂₂ disulfato sódico de fórmula 2-(R).C ₄ H ₇ .-1,4-(SO ₄) ₂ donde R = C ₁₀ -C ₁₈ , condensado con z moles de óxido de etileno
15	MES	: x-sulfometiléster de ácido graso C ₁₈
	APA	: Amidopropil dimetil C ₈ -C ₁₀ amina
	Jabón	: Alquilcarboxilato sódico lineal derivado de una mezcla 80/20 de sebo y ácidos grasos de coco
20	STS	: Toluensulfonato sódico
	CFAA	: Alquil C ₁₂ -C ₁₄ N-metilglucamida (de coco)
25	TFAA	: Alquil-N-metil C ₁₆ -C ₁₈ glucamida
	TPKFA	: Ácidos grasos C ₁₆ -C ₁₈ derivados de la destilación de crudos
	STPP	: Tripolifosfato sódico anhidro
30	TSPP	: Pirofosfato tetrasódico
	Zeolita A	: Aluminosilicato sódico hidratado de fórmula Na ₁₂ (AlO ₂ SiO ₂) ₁₂ .27H ₂ O que tiene un tamaño de partículas principal en el intervalo de 0,1 a 10 micrómetros (peso expresado respecto a la sustancia anhidra)
35	NaSKS-6	: Silicato laminar cristalino de fórmula δ- Na ₂ Si ₂ O ₅
	Ácido cítrico	: Ácido cítrico anhidro
40	Borato	: Borato sódico
	Carbonato	: Carbonato sódico anhidro con un tamaño de partículas entre 200 μm y 900 μm
45	Bicarbonato	: Bicarbonato sódico anhidro con una distribución de tamaño de partículas de 400 μm a 1200 μm
	Silicato	: Silicato sódico amorfo (SiO ₂ :Na ₂ O = 2,0:1)
50	Sulfato	: Sulfato sódico anhidro
	Sulfato de magnesio	: Sulfato de magnesio anhidro
55	Citrato	: Citrato trisódico dihidratado con una actividad de 86,4% y una distribución de tamaño de partículas de 425 μm a 850 μm
	MA/AA	: Copolímero 1:4 de ácidos maleico/acrílico con un peso molecular promedio de aproximadamente 70.000
60	MA/AA (1)	: Copolímero 4:6 de ácido maleico/ácido acrílico con un peso molecular promedio de aproximadamente 10.000
	AA	: Polímero de poliácrilato sódico con un peso molecular promedio 4.500
65	CMC	: Carboximetilcelulosa sódica

ES 2 300 138 T3

	Éter de celulosa	: Éter de metilcelulosa con un grado de polimerización de 650, comercializado por Shin Etsu Chemicals
5	Proteasa	: Enzima proteolítica con un 3,3% en peso de enzima activa, comercializada por NOVO Industries A/S con el nombre Savinase
	Proteasa I	: Enzima proteolítica con un 4% en peso de enzima activa, como se describe en el documento WO 95/10591, comercializada por Genencor Int. Inc.
10	Alcalasa	: Enzima proteolítica con un 5,3% en peso de enzima activa, comercializada por NOVO Industries A/S
	Celulasa	: Enzima celulítica con un 0,23% en peso de enzima activa, comercializada por NOVO Industries A/S con el nombre comercial Carezyme
15	Amilasa	: Enzima amilolítica con un 1,6% en peso de enzima activa, comercializada por NOVO Industries A/S con el nombre comercial Termamyl 120T
	Amilasa II	: Enzima amilolítica según la descripción de PCT/ US9703635
20	Lipasa	: Enzima lipolítica con un 2,0% en peso de enzima activa, comercializada por NOVO Industries A/S con el nombre comercial Lipolase
	Lipasa II	: Enzima lipolítica con un 2,0% en peso de enzima activa, comercializada por NOVO Industries A/S con el nombre comercial Lipolase Ultra
25	Endolasa	: Enzima endoglucanasa con un 1,5% en peso de enzima activa, comercializada por NOVO Industries A/S
	PB4	: Perborato sódico tetrahidratado de fórmula nominal $\text{NaBO}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O} \cdot \text{H}_2\text{O}_2$
30	PB1	: Blanqueador de perborato sódico anhidro de fórmula nominal $\text{NaBO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}_2$
	Percarbonato	: Percarbonato sódico de fórmula nominal $2\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}_2$
35	DOBS	: Decanoil oxibenceno sulfonato en la forma de la sal sódica
	DPDA	: Ácido diperoxidodecanodioico
	NOBS	: Nonanoiloxibencenosulfonato en forma de sal sódica
40	NACA-OBS	: (6-nonamidocaproil) oxibenceno sulfonato
	LOBS	: Dodecanoiloxibenceno sulfonato en la forma de la sal sódica
45	DOBS	: Decanoiloxibenceno sulfonato en la forma de la sal sódica
	DOBA	: Ácido decanoil oxibenzoico
	TAED	: Tetraacetililen-diamina
50	DTPA	: Ácido dietilen-triamino-pentaacético
	DTPMP	: Dietilen-triamino-pentametilen-fosfonato, comercializado por Monsanto con el nombre comercial Dequest 2060
55	EDDS	: Ácido etilendiamino-N,N'-disuccínico, isómero (S,S) en forma de su sal sódica.
	Fotoactivado	: Ftalocianina sulfonada de cinc encapsulada en polímero soluble de dextrina de blanqueante (1)
60	Fotoactivado	: Ftalocianina sulfonada de aluminio encapsulada en polímero soluble de dextrina de blanqueante (2)
	Abrillantador 1	: 4,4'-bis(2-sulfoestiril)bifenilo disódico
65	Abrillantador 2	: 4,4'-Bis(4-anilino-6-morfolino-1.3.5-triacin-2-il)amino) estilben-2,2'-disulfonato disódico

ES 2 300 138 T3

	HEDP	: Ácido 1,1-hidroxietano-difosfónico
	PEGx	: Polietilenglicol, con un peso molecular de x (de forma típica 4.000)
5	PEO	: Óxido de polietileno, con un peso molecular medio de 50.000
	TEPAE	: Tetraetilenpentaamina etoxilada
	PVI	: Poli(vinilimidazol) con un peso molecular promedio de 20.000
10	PVP	: Polímero de polivinilpirrolidona, con un peso molecular promedio de 60.000
	PVNO	: Polímero de N-óxido de polivinilpiridina, con un peso molecular promedio de 50.000
15	PVPVI	: Copolímero de polivinilpirrolidona y vinilimidazol, con un peso molecular promedio de 20.000
	QEA	: $\text{bis}((\text{C}_2\text{H}_5\text{O})(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_n)(\text{CH}_3) - \text{N}^+ - \text{C}_6\text{H}_{12} - \text{N}^+ - (\text{CH}_3) \text{ bis}((\text{C}_2\text{H}_5\text{O})-(\text{C}_2\text{H}_4\text{O}))_n$, en donde n es de 20 a 30
20	PEI	: Polietilenimina con un peso molecular promedio de 1800 y un grado de etoxilación medio de 7 restos etilenoxi por nitrógeno
	Arcilla I	: Arcilla tipo bentonita
25	Arcilla II	: Arcilla tipo esmectita
	Agente floculante I	: Óxido de polietileno con un peso molecular promedio entre 200.000 y 400.000
30	Agente floculante II	: Óxido de polietileno con un peso molecular promedio entre 400.000 y 1.000.000
35	Agente floculante III	: Polímero de acrilamida y/o ácido acrílico con un peso molecular promedio de 200.000 a 400.000
	SRP I	: Polímero de poliéster con protección terminal aniónica para la liberación de la suciedad
	SRP II	: Polímero de polisacárido para la liberación de la suciedad
40	SRP 1	: Poliésteres con protección terminal no iónica
	SRP 2	: Polímero de bloque corto poli(1,2-propilen-tereftalato) dietoxilado
45	Antiespumante de silicona	: Controlador de espuma de polidimetilsiloxano con copolímero siloxano-oxialquileo como agente dispersante con una relación entre dicho regulador de espuma y dicho agente dispersante de 10:1 a 100:1
50	Opacificante	: Mezcla de látex de monoestireno en base acuosa, comercializada por BASF Aktiengesellschaft con el nombre comercial Lytron 621
	Cera	: Cera de parafina
55	Compuesto moteado	: Carbonato o ácido orgánico carboxílico coloreado/sal.

Ejemplo 1

- 60 i) Un polvo base detergente de la composición A se preparó de la forma siguiente: todo el material en forma de partículas de la composición base se mezcló en un tambor mezclador o en un tambor pulverizador para formar una mezcla en forma de partículas homogénea, aparte del sistema de pulverizado de aglutinante, el fluorescente o abrillantador y el fotoblanqueante ftalocianina de cinc sulfonada. La mezcla en forma de partículas se dividió a continuación en dos partes iguales, una parte para fabricar una capa blanca y otra parte para fabricar una capa verde. El material de la capa blanca se obtiene pulverizando el abrillantador o el fluorescente junto con la mitad del aglutinante. El material de la capa verde se obtiene pulverizando el fotoblanqueante ftalocianina de cinc sulfonada junto con el resto del aglutinante. La capa fue después procesada independientemente en un Loedige KM 600®.
- 65

ES 2 300 138 T3

ii) Utilizando una prensa rotatoria Bonals® ambas matrices fueron llenadas en dos frascos de alimentación forzada independientes. Ambas capas son comprimidas juntas en las estaciones de compresión previa y compresión para formar una pastilla de doble capa.

iii) En este ejemplo particular, las pastillas tienen una sección transversal cuadrada de 45 mm en una cara, una altura de 24 mm y un peso de 45 g. La altura de la capa inferior verde equivale al 50% de la altura total de la pastilla. La resistencia a la tracción de las pastillas sin recubrir era de 13 kPa.

iv) La pastilla fue después recubierta con 2,5 g de recubrimiento formado por 89% en peso de ácido adípico y 10% en peso de arcilla bentonita de CSM y 1% en peso de etano 1-hidroxi-difosfonato.

	Composición A
	(%)
Aglomerados aniónicos 1	9,1
Aglomerados aniónicos 2	22,5
Aglomerados no iónicos	9,1
Aglomerados catiónicos	4,6
Silicato laminar	9,7
Percarbonato sódico	12,2
Aglomerados de activador del blanqueador	6,1
Carbonato sódico	7,67
EDDS/Sulfato en partículas	0,5
Sal tetrasódica del ácido hidroxietano difosfónico	0,6
Polímero para la liberación de la suciedad	0,3
Fluorescente	0,2
Ftalocianina de cinc sulfonada	0,03
Jabón en polvo	1,2
Supresor de las jabonaduras	2,8
Ácido cítrico	5,5
Proteasa	1
Lipasa	0,35
Celulasa	0,2
Amilasa	1,1
Sistema de pulverizado de aglutinante	4,75
Pulverizado de perfume	0,5

ES 2 300 138 T3

Ejemplo 2

- i) Se preparó un polvo base detergente de la composición A de la forma siguiente: todo el material en forma de partículas de la composición base se mezcló en un tambor mezclador o en un tambor pulverizador para formar una mezcla en forma de partículas homogénea, aparte del sistema de pulverizado de aglutinante, el fluorescente o abrillantador y el fotoblanqueante ftalocianina de cinc sulfonada. La mezcla en forma de partículas fue después dividida en dos partes iguales, una parte para fabricar una capa blanca y otra parte para fabricar una capa verde. El material de la capa blanca se obtiene pulverizando el abrillantador o el fluorescente junto con la mitad del aglutinante. El material de la capa verde se obtiene pulverizando el fotoblanqueante ftalocianina de cinc sulfonada junto con el resto del aglutinante. La capa se procesó después de forma independiente en un Loedige KM 600®.
- ii) Utilizando una prensa rotatoria Bonals® ambas matrices fueron llenadas en dos frascos de alimentación forzada independientes. Ambas capas son comprimidas juntas en las estaciones de compresión previa y compresión para formar una pastilla de doble capa.
- iii) En este ejemplo particular, las pastillas tienen una sección transversal cuadrada de 45 mm en una cara, una altura de 24 mm y un peso de 45 g. La altura de la capa inferior verde equivale al 50% de la altura total de la pastilla. La resistencia a la tracción de las pastillas sin recubrir era de 13 kPa.
- iv) La pastilla fue después recubierta con 2,5 g de recubrimiento formado por 89% en peso de ácido adípico y 10% en peso de arcilla bentonita de CSM y 0,5% en peso de etano 1-hidroxi-difosfonato y 0,5% en peso de dietilentriamino penta(metilen fosfonato).

Ejemplo 3

- i) Un polvo base detergente de la composición A se preparó de la forma siguiente: todo el material en forma de partículas de la composición base se mezcló en un tambor mezclador o en un tambor pulverizador para formar una mezcla en forma de partículas homogénea, aparte del sistema de pulverizado de aglutinante, el fluorescente o abrillantador y el fotoblanqueante ftalocianina de cinc sulfonada. La mezcla en forma de partículas se dividió a continuación en dos partes iguales, una parte para fabricar una capa blanca y otra parte para fabricar una capa verde. El material de la capa blanca se obtiene pulverizando el abrillantador o el fluorescente junto con la mitad del aglutinante. El material de la capa verde se obtiene pulverizando el fotoblanqueante ftalocianina de cinc sulfonada junto con el resto del aglutinante. La capa se procesó después de forma independiente en un Loedige KM 600®.
- ii) Utilizando una prensa rotatoria Bonals® ambas matrices fueron llenadas en dos frascos de alimentación forzada independientes. Ambas capas se comprimen juntas en las estaciones de compresión previa y compresión para formar una pastilla de doble capa.
- iii) En este ejemplo particular, las pastillas tienen una sección transversal cuadrada de 45 mm en una cara, una altura de 24 mm y un peso de 45 g. La altura de la capa inferior verde equivalía al 50% de la altura total de la pastilla. La resistencia a la tracción de las pastillas sin recubrir fue de 13 kPa.
- iv) La pastilla fue después recubierta con 2,5 g de recubrimiento formado por 89% en peso de ácido adípico y 10% en peso de arcilla bentonita de CSM y 0,5% en peso de etano 1-hidroxi-difosfonato y 0,5% en peso de dietilentriamino penta(metilen fosfonato).

Ejemplo 4

- i) Un polvo base detergente de la composición A se preparó de la forma siguiente: todo el material en forma de partículas de la composición base se mezcló en un tambor mezclador o en un tambor pulverizador para formar una mezcla en forma de partículas homogénea. El sistema aglutinante fue después pulverizado. El polvo se procesó después en un Loedige KM 600®.
- ii) Utilizando una prensa de banco de laboratorio Instron® se llenó el detergente en polvo en la matriz. El polvo había sido comprimido con una fuerza tal que la resistencia a la tracción de la pastilla fuera de 10 kPa.
- iii) En este ejemplo particular, las pastillas tienen un diámetro de 54 mm en una cara, una altura de 24 mm y un peso de 45 g.
- iv) La pastilla fue después recubierta con 2,5 g de recubrimiento formado por 90% en peso de ácido adípico y 10% en peso de arcilla bentonita de CSM.

La pastilla fue después recubierta con 2,5 g de recubrimiento formado por 77% en peso de ácido adípico, 18,5% en peso de arcilla bentonita, 1% en peso de Coasol™, 2,5% en peso de NaOH (1M) y 1% en peso de etano 1-hidroxi-difosfonato.

ES 2 300 138 T3

Ejemplo 5

i) Un polvo base detergente de la composición A se preparó de la forma siguiente: todo el material en forma de partículas de la composición base se mezcló en un tambor mezclador o en un tambor pulverizador para formar una mezcla en forma de partículas homogénea. El sistema aglutinante fue después pulverizado. El polvo fue después procesado en un Loedige KM 600®.

ii) Utilizando una prensa de banco de laboratorio Instron®, se introdujo detergente en polvo en la matriz. El polvo había sido comprimido con una fuerza tal que la resistencia a la tracción de la pastilla fuera de 10 kPa.

iii) En este ejemplo particular, las pastillas tienen un diámetro de 54 mm en una cara, una altura de 24 mm y un peso de 45 g.

La pastilla fue después recubierta con 2,5 g de recubrimiento formado por 88% en peso de ácido adípico, 10% en peso de arcilla bentonita, 1% de Coasol™ y 1% en peso de etano 1-hidroxi-difosfonato.

Ejemplo 6

i) Un polvo base detergente de la composición A se preparó de la forma siguiente: todo el material en forma de partículas de la composición base se mezcló en un tambor mezclador o en un tambor pulverizador para formar una mezcla en forma de partículas homogénea. El sistema aglutinante fue después pulverizado. El polvo fue después procesado en un Loedige KM 600®.

ii) Utilizando una prensa de banco de laboratorio Instron® se llenó con detergente en polvo la matriz. El polvo había sido comprimido con una fuerza tal que la resistencia a la tracción de la pastilla fuera de 10 kPa.

iii) En este ejemplo particular, las pastillas tienen un diámetro de 54 mm en una cara, una altura de 24 mm y un peso de 45 g.

iv) La pastilla fue después recubierta con 2,5 g de recubrimiento formado por 86% en peso de ácido adípico, 10% en peso de arcilla bentonita, 1% en peso de Coasol™, 2% en peso de Solka-Floc™ 1016, 0,5% en peso de etano 1-hidroxi-difosfonato y 0,5% en peso de dietilentriamino penta(metilen fosfonato).

Ejemplo 7

A continuación se presentan composiciones detergentes según la invención que pueden utilizarse tal cual o en lugar de la composición A, antes descrita, en cualquiera de los ejemplos 1-6.

(Tabla pasa a página siguiente)

ES 2 300 138 T3

En los ejemplos siguientes, todas las concentraciones se expresan como % en peso de la composición:

		B	C	D	E
5	Polvo soplado				
	Arcilla I o II	7,0	10,0	6,0	2,0
	Agente floculante I o II	0,3	1,0	1,0	0,5
10	LAS	16,0	5,0	11,0	6,0
	TAS	-	5,0	-	2,0
	Zeolita A	-	20,0	-	10,0
15	STPP	24,0	-	14,0	-
	Sulfato	-	2,0	-	-
	MA/AA	-	2,0	1,0	1,0
20	Silicato	4,0	7,0	3,0	-
	CMC	1,0	-	0,5	0,6
	Abrillantador	0,2	0,2	0,2	0,2
25	Carbonato sódico	10,0	10,0	20,0	-
	DTPMP	0,4	0,4	0,2	-
	Pulverizado				
30	Abrillantador	0,02	-	-	0,02
	C45E7 o E9	-	-	2,0	1,0
35	C45E3 o E4	-	-	2,0	4,0
	Perfume	0,5	-	0,5	0,2
	Antiespumante de silicona	0,3	-	-	-
40	Aditivos secos				
	QEA	-	-	-	1,0
	HEDP/EDDS	0,3	-	-	-
45	Sulfato	2,0	-	-	-
	Carbonato	20,0	13,0	15,0	24,0
	Ácido cítrico	2,5	-	-	2,0
50	QAS	-	-	0,5	0,5
	SKS-6	3,5	-	-	5,0
	Percarbonato	-	-	-	9,0
55	PB4	-	-	5,0	
	NOBS	-	-	-	1,3
	TAED	-	-	2,0	1,5
60	Proteasa	1,0	1,0	1,0	1,0
	Lipasa	-	0,4	-	0,2
	Amilasa	0,2	0,2	0,2	0,4
65	Abrillantador	0,05	-	-	0,05
	Perfume	1,0	0,2	0,5	0,3

ES 2 300 138 T3

	Mota	1,2	0,5	2,0	-
5	Varios/Componentes minoritarios hasta el 100%				

A continuación se presentan composiciones adecuadas para su uso en la presente invención.

	F	G	H	I	J	K	L
Alquil C ₁₁ -C ₁₃ bencenosulfonato sódico	12,0	16,0	23,0	19,0	18,0	20,0	16,0
Alcohol C ₁₄ -C ₁₅ sulfato sódico		4,5	-		-	-	4,0
Sulfato de alcohol C ₁₄ -C ₁₅ etoxilado (0,5)			-	-	-	-	-
Sulfato de alcohol C ₁₄ -C ₁₅ etoxilado (3)	-	-	2,0	-	1,0	1,0	1,0
Alcohol C ₁₄ -C ₁₅ etoxilado sódico	2,0	2,0	-	1,3	-	-	5,0
Alquil C ₉ -C ₁₄ dimetil hidroxietilo, sal de amonio cuaternario			-	-	1,0	0,5	2,0
Ácido graso de sebo			-	-	-	-	1,0
Alcohol de sebo etoxilado (50)	-	-	-	-	-	-	-
Tripolifosfato sódico / Zeolita	23,0	25,0	14,0	22,0	20,0	10,0	20,0
Carbonato sódico	25,0	22,0	35,0	20,0	28,0	41,0	30,0
Poliacrilato sódico (45%)	0,5	0,5	0,5	0,5	-	-	-
Polímero de poliacrilato/maleato sódico	-	-	1,0	1,0	1,0	2,0	0,5
Silicato sódico (relación 1:6 entre NaO y SiO ₂) (46%)	3,0	6,0	9,0	8,0	9,0	6,0	8,0
Sulfato sódico	-	-	-	-	-	2,0	3,0
Perborato/percarbonato sódico	5,0	5,0	10,0	-	3,0	1,0	-
Poli(etilenglicol), PM ~4000 (50%)	1,5	1,5	1,0	1,0	-	-	0,5
Carboximetilcelulosa sódica	1,0	1,0	1,0	-	0,5	0,5	0,5

ES 2 300 138 T3

	Ácido cítrico	-	-	-	-	-	-
5	NOBS/DOBS	-	1,0	-	-	1,0	0,7
	TAED	1,5	1,0	2,5	-	3,0	0,7
	SRP	1,5	1,5	1,0	1,0	-	1,0
10	Arcilla I o II	5,0	6,0	12,0	7,0	10,0	4,0
	Agente floculante I o III	0,2	0,2	3,0	2,0	0,1	1,0
	Humectante	0,5	1,0	0,5	1,0	0,5	0,5
15	Cera	0,5	0,5	1,0	-	-	0,5
	Humedad	7,5	7,5	6,0	7,0	5,0	3,0
20	Sulfato de magnesio	-	-	-	-	-	0,5
	Quelante	-	-	-	-	0,8	0,6
25	Enzimas, incluidas amilasa, celulasa, proteasa y lipasa	-	-	-	-	2,0	1,5
	Mota	2,5	4,1	4,2	4,4	5,6	5,0
30	Componentes minoritarios, p. ej., perfume, PVP, PVPVI/PVNO, abrillantador, fotoblanqueante,	2,0	1,0	1,0	1,0	2,5	1,5
35							

A continuación se presentan composiciones detergentes adecuadas para su uso en la presente invención.

		M	N	O	P
45	Alquil C ₁₁ -C ₁₃ bencenosulfonato sódico	23,0	13,0	20,0	18,0
	Sulfato sódico de alcohol C ₁₄ -C ₁₅	-	4,0	-	-
	Arcilla I o II	5,0	10,0	14,0	6,0
50	Agente floculante I o II	0,2	0,3	0,1	0,9
	Cera	0,5	0,5	1,0	-
	Humectante (glicerol/silice)	0,5	2,0	1,5	-
55	Sulfato de alcohol C ₁₄ -C ₁₅ etoxilado	-		-	2,0
	Alcohol C ₁₄ -C ₁₅ sódico etoxilado (	2,5	3,5	-	-
60	Alquil C ₉ -C ₁₄ dimetil hidroxietilo, sal de amonio cuaternario		-	-	0,5
	Ácido graso de sebo	0,5	-	-	-
65	Alcohol de sebo etoxilado (50)	-	-		1,3

ES 2 300 138 T3

	Tripolifosfato sódico	-	41,0	-	20,0
5	Zeolita A, hidratada (tamaño 0,1-10 micrómetros)	26,3	-	21,3	-
	Carbonato sódico	24,0	22,0	35,0	27,0
10	Poliacrilato sódico (45%)	2,4	-	2,7	-
	Polímero de poliacrilato/maleato sódico	-	-	1,0	2,5
15	Silicato sódico (relación 1,6, 2 ó 2,2 para NaO/SiO ₂) (46%)	4,0	7,0	2,0	6,0
	Sulfato sódico	-	6,0	2,0	-
20	Perborato/percarbonato sódico	8,0	4,0	-	12,0
	Poli(etilenglicol), PM ~4000 50%)	1,7	0,4	1,0	-
	Carboximetilcelulosa sódica	1,0	-	-	0,3
25	Ácido cítrico	-	-	3,0	-
	NOBS/DOBS	1,2	-	-	1,0
	TAED	0,6	1,5	-	3,0
30	Perfume	0,5	1,0	0,3	0,4
	Polímero para la liberación de la suciedad	-	1,5	1,0	1,0
35	Humedad	7,5	3,1	6,1	7,3
	Sulfato de magnesio	-	-	-	1,0
	Quelante	-	-	-	0,5
40	Mota	1,0	0,5	0,2	2,7
	Enzimas, incluidas amilasa, celulasa, proteasa y lipasa	-	1,0	-	1,5
45	Componentes minoritarios, p. ej., abrillantador, fotoblanqueante	1,0	1,0	1,0	1,0

A continuación se presentan composiciones detergentes adecuadas para su uso en la presente invención

55		Q	R	S	T	U
	Polvo soplado					
60	STPP/ Zeolita A	9,0	15,0	15,0	9,0	9,0
	Agente floculante II o III	0,5	0,2	0,9	1,5	-
	LAS	7,5	23,0	3,0	7,5	7,5
65	QAS	2,5	1,5	-	-	-

ES 2 300 138 T3

	DTPMP	0,4	0,2	0,4	0,4	0,4
5	HEDP o EDDS	-	0,4	0,2	-	-
	CMC	0,1	0,4	0,4	0,1	0,1
	Carbonato sódico	5,0	20,0	20,0	10,0	-
10	Abrillantador	0,05	-	-	0,05	0,05
	Arcilla I o II	-	10,0	-	-	-
	STS	0,5	-	-	0,5	0,5
15	MA/AA	1,5	2,0	2,0	1,5	1,5
	Aglomerados					
20	Supresor de las jabonaduras (silicio)	1,0	1,0	-	2,0	0,5
	Aglomerado					
25	Arcilla	9,0	-	-	4,0	10,0
	Cera	0,5	-	-	0,5	1,5
	Glicerol	0,5	-	-	0,5	0,5
30	Aglomerado					
	LAS	-	5,0	5,0	-	-
	TAS	-	2,0	1,0	-	-
35	Silicato	-	3,0	4,0	-	-
	Zeolita A	-	8,0	8,0	-	-
	Carbonato	-	8,0	4,0	-	-
40	Pulverizado					
	Perfume	0,3	-	-	0,3	0,3
45	C45E7 o E9	2,0	-	-	2,0	2,0
	C25E3 o E4	2,0	-	-	2,0	2,0
	Aditivos secos					
50	Citrato o ácido cítrico	2,5	-	2,0	2,5	2,5
	Arcilla I o II	-	5,0	5,0	-	-
	Agente floculante I o II	-	-	-	-	0,2
55	Bicarbonato	-	3,0	-	-	-
	Carbonato	15,0	-	-	25,0	31,0
	TAED	1,0	2,0	5,0	1,0	-
60	Perborato o percarbonato sódico	6,0	7,0	10,0	6,0	-
	SRP I, II o III	0,2	0,1	0,2	0,5	0,3
65	CMC o éter de celulosa no iónico	1,0	1,5	0,5	-	-

ES 2 300 138 T3

	Proteasa	0,3	1,0	1,0	0,3	0,3
5	Lipasa	-	0,4	0,4	-	-
	Amilasa	0,2	0,6	0,6	0,2	0,2
	Celulasa	0,2	0,6	0,6	0,2	0,2
10	Antiespumante de silicona	-	5,0	5,0	-	-
	Perfume (almidón)	0,2	0,3	1,0	0,2	0,2
	Mota	0,5	0,5	0,1	-	1,0
15	SKS-6 (silicato 2R)	3,5	-	-	-	3,5
	Fotoblanqueador	0,1	-	-	0,1	0,1
	Jabón	0,5	2,5	-	0,5	0,5
20	Sulfato sódico	-	3,0	-	-	-
	Varios/Componentes minoritarios hasta el 100%	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
25	Densidad (g/litro)	850	850	850	850	850

REIVINDICACIONES

1. Una pastilla de detergente perfumada recubierta, comprendiendo la pastilla un compuesto mineral de arcilla y un
5 secuestrante de iones de metal pesado, en donde el recubrimiento comprende el secuestrante de iones de metal pesado.
2. Una pastilla según la reivindicación 1, en donde el compuesto mineral de arcilla está presente en el recubrimiento
en partículas que tienen un tamaño inferior a 75 μm de diámetro.
- 10 3. Una pastilla según una cualquiera de las reivindicaciones 1-2, en donde la pastilla es una pastilla suavizante.
4. Una pastilla según cualquiera de las reivindicaciones 1-3, en donde el secuestrante de iones de metal pesado se
selecciona de fosfonatos orgánicos, preferiblemente de etano 1-hidroxi-difosfonatos de metal alcalino, dietilentriamino
penta(metilen fosfonato) y mezclas de los mismos.
- 15 5. Una pastilla según una cualquiera de las reivindicaciones 1-4, en donde la composición de perfume comprende
menos de 0,4% en peso de bases de Schiff.
6. Una pastilla según una cualquiera de las reivindicaciones 1-5, en donde la composición de perfume está exenta
20 de ingredientes de perfume seleccionados de antranilato de metilo e hidroxicitronelal; antranilato de metilo y metil
nonil acetaldehído; antranilato de metilo y PT buccinal; antranilato de metilo y liral; antranilato de metilo y ligustral; y
mezclas de los mismos.
7. Una pastilla según una cualquiera de las reivindicaciones 1-6, en donde el recubrimiento además comprende un
25 ácido que tiene una temperatura de fusión de al menos 40°C, preferiblemente de al menos 145°C.
8. Una pastilla según la reivindicación 7, en donde el ácido que tiene una temperatura de fusión de al menos 40°C
tiene una estructura cristalizada.
- 30 9. Una pastilla según la reivindicación 8, en donde el ácido que forma la estructura cristalizada es un ácido dicar-
boxílico, preferiblemente ácido adípico.
10. Una pastilla según una cualquiera de las reivindicaciones 1-9, en donde el recubrimiento consiste prácticamente
en ácido adípico.
- 35 11. Una pastilla según una cualquiera de las reivindicaciones 1-10, en donde el recubrimiento además comprende
un componente que es líquido a 25°C.
12. Una pastilla según una cualquiera de las reivindicaciones 1-11, en donde el recubrimiento además comprende
40 fibras de refuerzo.
13. Una pastilla según una cualquiera de las reivindicaciones 1-12, en donde la composición detergente además
comprende un agente floculante.
- 45 14. Un proceso para fabricar una pastilla según una cualquiera de las reivindicaciones 1-13, que comprende las
etapas de:
 - (a) conformar un núcleo comprimiendo un material en forma de partículas, comprendiendo el material en
forma de partículas tensioactivo y aditivo reforzante de la detergencia;
 - 50 (b) aplicar un material de recubrimiento al núcleo, estando el material de recubrimiento en forma de masa
fundida;
 - (c) dejar que el material de recubrimiento fundido se solidifique;
- 55 **caracterizado** porque el recubrimiento comprende una arcilla.
15. Un proceso para fabricar una pastilla según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13, que comprende las etapas
de:
 - 60 (a) conformar un núcleo comprimiendo un material en forma de partículas, comprendiendo el material en
forma de partículas tensioactivo y aditivo reforzante de la detergencia;
 - (b) aplicar un material de recubrimiento al núcleo, estando el material de recubrimiento disuelto en un disol-
vente o agua;
 - 65 (c) dejar evaporar el disolvente o el agua;**caracterizado** porque el recubrimiento comprende una arcilla.