



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

⑪ Número de publicación: **2 304 489**

⑤① Int. Cl.:
C11D 17/00 (2006.01)
C11D 10/04 (2006.01)
C11D 3/20 (2006.01)
C11D 1/835 (2006.01)

⑫

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

⑧⑥ Número de solicitud europea: **03076740 .4**
⑧⑥ Fecha de presentación : **04.06.2003**
⑧⑦ Número de publicación de la solicitud: **1371720**
⑧⑦ Fecha de publicación de la solicitud: **17.12.2003**

⑤④ Título: **Pastillas de detergente.**

③⑩ Prioridad: **11.06.2002 EP 02077269**
07.08.2002 EP 02078247

④⑤ Fecha de publicación de la mención BOPI:
16.10.2008

④⑤ Fecha de la publicación del folleto de la patente:
16.10.2008

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

⑦② Inventor/es: **Appel, Peter William y**
Van der Kooij, Felix Marco

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

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

Pastillas de detergente.

5 Esta invención se refiere a composiciones de limpieza en forma de pastillas, por ejemplo para uso en lavado de telas o lavado de vajilla a máquina.

Las composiciones de detergente en forma de pastilla tienen ventajas sobre productos en polvo porque no requieren mediciones y de este modo son más fáciles de manejar y dispensar en la carga de lavado.

10 Las pastillas de una composición de limpieza están hechas generalmente comprimiendo o compactando una cantidad de la composición en forma de masa en partículas.

También se han descrito pastillas que comprenden dos o más regiones separadas. Por ejemplo, el documento WO 01/42416 describe la producción de cuerpos moldeados de multifase que comprenden una combinación de cuerpos moldeados de núcleo y una premezcla de masa en partículas. El documento WO 00/61717 describe una pastilla de detergente que está caracterizada porque al menos parte de su superficie exterior es lisa. El documento WO 00/04129 describe una pastilla de detergente de multifase que comprende una primera fase en forma de cuerpo conformado que tiene al menos un molde en él y una segunda fase en forma de sólido de masa en partículas comprimido dentro de dicho molde. El documento WO 99/24549 describe una pastilla de detergente que comprende un cuerpo sólido comprimido y una porción gelatinosa no comprimida montada en un molde de dicho cuerpo.

Es un objeto de la presente invención proporcionar una pastilla de limpieza que comprende una fase lisa, en la que dicha fase lisa comprende tensioactivos y en la que dicha pastilla de limpieza tiene buenas propiedades de limpieza y en la que la fase lisa tiene una textura adecuada (preferiblemente semisólida entre blanda y dura).

Un objetivo adicional de la presente invención es proporcionar un método para producir una pastilla lisa o fase de la misma en el que la elección de materiales y el método de fabricación permitan la producción de bajo coste de pastillas de buen rendimiento y de buena consistencia y textura.

30 Aunque la invención se puede referir a una pastilla lisa de una sola fase, de acuerdo con una realización preferida de la presente invención se proporciona una pastilla de limpieza que tiene una pluralidad de regiones discretas con composiciones diferentes, caracterizada porque al menos una primera región de la pastilla es una región lisa y al menos una segunda región de la pastilla es una región sólida de material compactado de masa en partículas.

35 En un primer aspecto la invención se refiere a una pastilla de limpieza que comprende una fase lisa, en la cual la fase lisa comprende 30 a 100%p de tensioactivos no jabonosos y en la cual la relación de peso entre tensioactivos catiónicos y tensioactivos no iónicos en dicha fase lisa es de 1:1 a 1:10.

40 Preferiblemente, las pastillas de la invención son de forma cilíndrica en las que las dos superficies principales (lado superior y lado inferior) son sustancialmente planas.

Como se indicó anteriormente, las pastillas de la invención pueden ser pastillas de una sola fase, que están constituidas predominantemente por la fase lisa como se describió anteriormente. Sin embargo, una realización preferida de la invención se refiere a una pastilla de multifase en la que está presente la fase lisa y adicionalmente están presentes una o más fases diferentes. Adecuadamente estas fases adicionales pueden ser lisas o sólidas. Particularmente adecuadas son las fases sólidas compuestas de sólidos compactados de masa en partículas.

50 Las regiones de una pastilla de multifase son posiblemente capas separadas dentro de una pastilla. Sin embargo, una región discreta de una pastilla también podría tener otras formas, por ejemplo uno o más núcleos o piezas insertas. En una realización preferida, la primera región es una capa lisa y la segunda región es una capa de material compactado de masa en partículas. En una realización adicionalmente ventajosa, la primera región es un núcleo o pieza inserta de material liso incrustado en la segunda región que es una capa de material compactado de masa en partículas.

55 Si la pastilla es una pastilla lisa de una sola fase, entonces preferiblemente el peso de esta pastilla será de 5 a 100 g, más preferiblemente de 10 a 40 g, lo más preferiblemente de 12 a 35 g.

60 Si la pastilla es una pastilla de multifase que comprende la fase lisa de la invención, entonces preferiblemente la fase lisa está presente como una región distintiva que tiene preferiblemente un peso de 2 a 20 gramos, más preferido de 3 a 10 gramos. Preferiblemente las otras fases juntas tienen un peso de 10 a 50 gramos, más preferido de 12 a 40 gramos.

65 Para el propósito de esta invención, el término fase lisa se refiere a composiciones que son, por una parte, suficientemente sólidas para conservar su forma a temperatura ambiente y, por otra parte, lisas en apariencia. Las texturas lisas son generalmente de baja o ninguna porosidad y tienen, a una distancia normal de visión, la apariencia de una fase continua, por ejemplo como en oposición a la apariencia porosa y de masa en partículas de un material compactado de masa en partículas.

ES 2 304 489 T3

El documento WO 99/24549 describe el uso de porciones gelatinosas no comprimidas montadas en un molde como una fase lisa. Estas pastillas deben estar hechas con equipo específico para asegurar la formación de molde apropiada. Lo que es más, las composiciones para la fase lisa como se divulga en este documento contienen niveles muy altos de ingredientes con una funcionalidad limitada en el lavado tal como dipropilenglicolbutileter o gliceroltriacetato.

El documento WO 00/61717 describe (en el ejemplo) la preparación de una pastilla comprimida de masa en partículas en cuya parte superior una capa (no comprimida) estaba hecha vertiendo una mezcla de no iónicos y PEG seguida de endurecimiento. Esta formulación y su método de preparación no son ventajosos porque requieren un paso muy largo de endurecimiento en el molde de pastilla, durante el cual el molde de pastilla no se puede usar para una producción adicional, aumentando significativamente con ello el coste de producción.

Preferiblemente, la fase lisa de la pastilla es semisólida. Un ensayo adecuado para comprobar si una composición se puede considerar como semisólida se puede describir como viene a continuación:

Una pastilla cilíndrica con un diámetro de 45 mm y una altura de 20 mm se comprime radialmente entre las placas de una máquina de ensayo de material hasta que se fractura la pastilla. En la posición de comienzo, las placas contactan con la pastilla pero no le aplican fuerza. Se aplica fuerza para comprimir la pastilla, la velocidad vertical de la placa superior es 25 mm/minuto. La máquina de ensayo mide la fuerza aplicada (F), y también el desplazamiento (x) de las placas la una hacia la otra a medida que se comprime la pastilla. La distancia (y) entre las placas antes de que se aplique la fuerza, que es el diámetro de la pastilla, también es conocida. En el momento del fallo, la pastilla se agrieta y la fuerza aplicada, necesitada para mantener el desplazamiento, cae. La medición se interrumpe cuando la fuerza aplicada necesitada para mantener el desplazamiento ha caído un 25% desde su valor máximo. Se mide el desplazamiento en el momento del fallo (x_f).

La fuerza máxima es la fuerza en el momento del fallo (F_f). La energía de rotura es el área bajo el gráfico de fuerza frente a desplazamiento, hasta el punto de rotura. Es dada por la ecuación:

$$E_b = \int_{0-x_f} F(x)dx$$

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

Las composiciones semisólidas se caracterizan por una relación de F_f a E_b de menos de 1,0, más preferida de 0,1 a 0,9, lo más preferida de 0,2 a 0,6, mientras que las pastillas tradicionales de materiales compactados de masa en partículas se caracterizan generalmente por una relación de F_f a E_b de más de 1, más generalmente más de 1,25 o incluso más de 1,5 hasta, digamos, 6.

En una realización ventajosa de la invención, la fase lisa comprende 30-80%p de tensioactivos no jabonosos (en base al peso total de dicha fase lisa), más preferida de 35 a 75%p, lo más preferida de 40 a 70%p. Se ha descubierto que la combinación de una primera región lisa separada y estos altos niveles de tensioactivo proporcionan a la pastilla propiedades de limpieza y dispersión muy buenas. En otra realización ventajosa de la invención, dicha región lisa comprende 40-100%p de tensioactivos (en base al peso total de dicha región), más preferida 50-95%p, lo más preferida la primera región está constituida predominantemente por tensioactivos, por ejemplo más de 60%, por ejemplo de 70 a 90%p. Se ha descubierto que la combinación de una primera región semisólida o lisa separada y estos altos niveles de tensioactivo proporcionan a la pastilla propiedades de limpieza y dispersión muy buenas.

Los tensioactivos no jabonosos en la región lisa comprenden una combinación de tensioactivos catiónicos y tensioactivos no iónicos en una relación de peso de 1:1 a 1:10, más preferida 1:2 a 1:9, más preferida 1:3 a 1:7. Tensioactivos adicionales, por ejemplo tensioactivos aniónicos no jabonosos, pueden estar igualmente presentes por ejemplo en un nivel bajo de 0,1 a 10%p, más preferido menos de 5%p o incluso menos de 2%p en base al peso de la parte lisa. Lo más preferiblemente, la relación de peso de tensioactivos aniónicos no jabonosos y tensioactivos catiónicos es al menos 1:5. Lo más preferiblemente, la fase lisa está sustancialmente libre de tensioactivos aniónicos no jabonosos. Sorprendentemente, se ha descubierto que se pueden formular fases lisas que tienen por una parte altos niveles no iónicos en combinación con bajos niveles aniónicos. El uso de una combinación de tensioactivos no iónicos y catiónicos en la fase lisa (que está preferiblemente libre de tensioactivos aniónicos) permite sorprendentemente el uso de niveles no iónicos relativamente altos sin afectar indebidamente a un buen tiempo de disolución de la región lisa y sin causar altos niveles de pegajosidad no deseados.

Preferiblemente, el nivel de tensioactivos no iónicos en la fase lisa es de 5 a 70%p, más preferido de 20 a 65%p, lo más preferido de 30 a 60%p. Preferiblemente el nivel de tensioactivos catiónicos en la fase lisa es de 3 a 25%p, más preferido de 4 a 20%p, lo más preferido de 5 a 15%p.

Además de los tensioactivos no jabonosos, la región lisa puede comprender un material estructurante, por ejemplo un jabón, por ejemplo a un nivel de 1 a 30%p en base al peso de la parte lisa, más preferido de 2 a 20%p, lo más preferido de 3 a 10%p.

Se ha descubierto que el jabón proporciona buenas propiedades de estructuración a la fase lisa, especialmente si esta fase comprende niveles relativamente altos de tensioactivos. Esta estructuración conduce por una parte a una consistencia firme deseada de la fase lisa pero por otra parte retiene la naturaleza lisa de la fase. Lo que es más, el jabón es capaz de reducir el sangrado de la fase lisa.

La región lisa de la pastilla también puede contener materiales diluyentes, por ejemplo polietilenglicol, que tiene preferiblemente un peso molecular de menos de 5000 o incluso menos de 1000, dipropilenglicol, isopropanol o (mono-)propilenglicol. Preferiblemente el nivel de estos diluyentes es de 0 a 40%p, más preferido de 5 a 30%p, lo más preferido de 10 a 25%p en base al peso de la fase lisa.

La fase lisa comprende ninguno o sólo bajos niveles de agua. Preferiblemente el nivel de agua es menos del 20%p en base al peso de la fase lisa, más preferido menos de 15%p, lo más preferido de 1 a 7%p. Lo más preferiblemente las fases lisas están sustancialmente libres de agua.

Preferiblemente el peso total de tensioactivos en la fase lisa es de 2 a 20 gramos, más preferido de 3 a 10 gramos.

En una realización preferida de la invención, la pastilla puede ser una pastilla de multifase en la que otras fases aparte de la fase lisa como se describió anteriormente comprenden ninguno o sólo bajos niveles de tensioactivos. Preferiblemente el nivel de tensioactivos en las otras fases es menos de 10%p (en base al peso total de dichas fases), más preferido de 0 a 9%p, lo más preferido de 1 a 8%p.

En una realización ventajosa de la invención, las pastillas de limpieza comprenden una primera región lisa (como se describió anteriormente) en combinación con una segunda región de la pastilla que es una región sólida, por ejemplo preparada por compresión de una composición de masa en partículas.

Aunque la segunda región puede comprender materiales de tensioactivo, esta región comprende preferiblemente ingredientes de la pastilla que no son tensioactivos. Ejemplos de estos ingredientes son por ejemplo adyuvantes, sistemas de blanqueador, enzimas, etc. Preferiblemente los adyuvantes en la pastilla están presentes predominantemente en la segunda región. Preferiblemente el sistema de blanqueador está presente predominantemente en la segunda región. Preferiblemente las enzimas están predominantemente presentes en la segunda región. Para el propósito de esta invención, a menos que se indique de otro modo, el término "presente predominantemente" se refiere a una situación en la que al menos el 90%p de un ingrediente está presente en la segunda región, más preferido más del 98%p, lo más preferido sustancialmente un 100%p.

La descripción anterior de la pastilla se ha dado con referencia a una pastilla constituida por dos regiones. Se entenderá sin embargo que cada una de las regiones puede estar compuesta de un número limitado de regiones discretas. Por ejemplo, la primera región lisa puede ser una única parte discreta de la pastilla pero también puede ser un número limitado (digamos 1-5) de partes lisas discretas. Preferiblemente cada una de estas partes lisas son al menos 1 gramo, también preferiblemente cada una de estas partes lisas es sustancialmente de la misma composición. Si se hace referencia a la composición o peso de la primera región, se entiende que esto tiene que ver con el peso total y la composición de estas partes lisas.

Similarmente, la segunda región sólida puede estar compuesta de un número limitado (digamos 1-5) de partes sólidas, por ejemplo capas separadas en la pastilla. Preferiblemente cada una de estas partes tiene un peso de al menos 10 gramos, también preferiblemente cada una de las partes sólidas es sustancialmente de la misma composición. Si se hace referencia a la composición o peso de la segunda región, se entiende que esto tiene que ver con el peso total y la composición de estas partes sólidas.

Además de la primera región lisa y la segunda región sólida, las pastillas de limpieza de la invención pueden comprender opcionalmente regiones adicionales, por ejemplo la pastilla puede estar parcial o totalmente recubierta.

Las pastillas de limpieza de acuerdo con la invención son fabricadas preferiblemente preparando primeramente una fase lisa. Ventajosamente la preparación de la fase lisa puede incluir el calentamiento de los ingredientes seguido por enfriamiento. Ventajosamente la preparación de la fase lisa puede implicar extrusión.

Se conocen procesos de extrusión para artículos de lavado, por ejemplo el documento WO 01/02532 describe la extrusión de artículos de lavado con una presión de menos de 10 bar.

Preferiblemente los procesos de extrusión para preparar las partes lisas para uso en pastillas de la invención implicará la formación de una masa que se puede extrudir que entonces es subsecuentemente extrudida desde un dispositivo de extrusión y opcionalmente partida entonces en partes del peso y el tamaño deseados. Opcionalmente las partes lisas se pueden entonces endurecer.

La masa que se puede extrudir tiene preferiblemente una temperatura inicial elevada, por ejemplo de 60 a 120°C, más preferida de 70 a 90°C. Preferiblemente la masa que se puede extrudir se enfría, durante la producción de la masa lisa, por ejemplo hasta una temperatura final de 20°C. Si se usa extrusión, esta temperatura baja puede por ejemplo ser la temperatura en la hilera de extrusión, por ejemplo de 10 a 40, preferiblemente de 15 a 25, lo más preferido a temperatura ambiente (20°C).

En una realización muy preferida de la invención las condiciones para la extrusión están controladas cuidadosamente. En particular, se ha descubierto que partes lisas que, por una parte, contienen niveles relativamente altos de jabón y tensioactivos no jabonosos y, por otra parte, tienen las propiedades correctas de textura (es decir no demasiado blandas y de carácter liso) pueden ventajosamente ser producidas por un proceso de extrusión en el que no se aplican condiciones de alta cizalladura, en particular bajo enfriamiento. Particularmente se prefiere que la extrusión tenga lugar bajo condiciones de baja cizalladura en el dispositivo de extrusión. Dispositivos de extrusión adecuados para este propósito están por ejemplo libres de tornillos de extrusión. Especialmente preferida es la alimentación de la masa que se puede extrudir hacia una cámara alargada, por ejemplo una tubería provista de medios de enfriamiento pero no provista de dispositivos de cizallamiento o agitación.

Después de la producción de la parte lisa, la pastilla de limpieza de la invención se puede hacer ventajosamente mediante un proceso que comprende los pasos de:

- (a) comprimir una composición de masa en partículas en un molde de pastilla,
- (b) combinar una o más partes lisas con la composición comprimida de masa en partículas.

En una realización preferida de la invención, la composición de masa en partículas se comprime con una fuerza de 0,1 a 100 kN/cm².

Una pastilla de esta invención puede estar destinada para uso en lavado de vajilla a máquina. Tal pastilla es probable que contenga tensioactivo en una baja concentración tal como 0,5 a 2%p en base a toda la pastilla, aunque se pueden usar concentraciones más altas que oscilan hasta 10%p. Tales contendrán típicamente sales, tal como sobre 60%p, a menudo sobre 85%p de la pastilla.

Sales solubles en agua usadas típicamente en composiciones de lavado de vajilla a máquina son fosfatos (incluyendo fosfatos condensados), carbonatos y silicatos, generalmente como sales de metal alcalino. Las sales de metal alcalino solubles en agua seleccionadas entre fosfatos, carbonatos y silicatos pueden proporcionar 60%p o más de una composición de lavado de vajilla.

Otra posibilidad preferida es que una pastilla de esta invención esté destinada al lavado de telas. En este caso, la pastilla será probable que contenga al menos 2%p, probablemente al menos 5%p, hasta 40 ó 50%p de tensioactivo no jabonoso en base a toda la pastilla, y de 5 a 80%p de adyuvante de detergencia, en base a toda la pastilla.

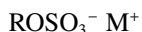
Materiales que se pueden usar en pastillas de esta invención se discutirán ahora con mayor detalle.

Compuestos de tensioactivo

Las composiciones que se usan en pastillas de la invención contendrán uno o más tensioactivos de detergente. En una composición de lavado de telas, estos preferiblemente proporcionan de 5 a 50% en peso de la composición global de pastilla, más preferiblemente de 8 ó 9% en peso de la composición global hasta 40% ó 50% en peso. El tensioactivo podrá incluir tensioactivos catiónicos y no iónicos pero también pueden ser aniónicos no jabonosos, bipolares, anfóteros o una combinación de estos.

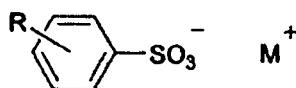
Los tensioactivos aniónicos sintéticos (es decir no jabonosos) son bien conocidos para los expertos en la técnica. Los ejemplos incluyen sulfonatos de alquilbenceno, particularmente sulfonatos de alquilbenceno lineal de sodio que tienen una longitud de cadena alquílica de C₈-C₁₅; sulfonatos de olefina; sulfonatos de alcano; sulfosuccinatos de dialquilo; y sulfonatos de éster de ácido graso.

El alquilsulfato primario que tiene la fórmula



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

El sulfonato de alquilbenceno lineal de fórmula



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

ES 2 304 489 T3

Frecuentemente, tal sulfonato de alquilbenceno lineal o alquilsulfato primario de la fórmula anterior, o una mezcla de los mismos, será el tensioactivo aniónico deseado y puede proporcionar 75 a 100%p de cualquier tensioactivo aniónico no jabonoso en la composición.

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

Los jabones para uso de acuerdo con la invención son preferiblemente jabones de sodio derivados de ácidos grasos de origen natural, por ejemplo los ácidos grasos de aceite de coco, sebo de vaca, girasol o aceite de colza endurecido.
10 De forma especialmente preferible, los jabones se seleccionan entre jabones de C_{10} a C_{20} , por ejemplo de jabones de C_{16} a C_{18} o C_{12} .

Compuestos de tensioactivo no iónico adecuados que se pueden usar incluyen en particular los productos de reacción de compuestos que tienen un grupo hidrófobo y un átomo reactivo de hidrógeno, por ejemplo alcoholes alifáticos, ácidos, amidas o fenoles de alquilo con óxidos de alquilenos, especialmente óxido de etileno.
15

Los compuestos de tensioactivo no iónico específico son condensados de óxido de fenol-etileno de alquilo (C_{8-22}), los productos de condensación de alcoholes alifáticos C_{8-20} primarios o secundarios, lineales o ramificados, con óxido de etileno, y productos hechos por condensación de óxido de etileno con los productos de reacción de óxido de propileno y etilen-diamina.
20

Especialmente preferidos son los etoxilados de alcohol primario y secundario, especialmente los alcoholes primario y secundario C_{9-11} y C_{12-15} etoxilados con una media de 5 a 20 moles de óxido de etileno por mol de alcohol.

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

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

30 En una pastilla de lavado de vajilla a máquina, el tensioactivo puede ser totalmente no iónico, en una cantidad por debajo de 5%p de toda la pastilla aunque es conocido incluir algún tensioactivo aniónico y usar hasta 10%p de tensioactivo en total.

Los tensioactivos catiónicos preferidos son sales de amonio cuaternarias de la fórmula general $R_1R_2R_3R_4N^+X^-$, en la que todos los sustituyentes R son hidrocarburos con o sin sustitución de hidróxido, al menos uno de los sustituyentes R1-R4 es un alquilo, alcarilo o hidroxialquilo C6-C22, al menos uno de los sustituyentes R1-R4 es un alquilo o hidroxialquilo C1-C4, y X es un equivalente anión monovalente.
35

Los tensioactivos catiónicos son preferiblemente los compuestos de nitrógeno cuaternarios en los que R1 y R2 son el mismo o diferente alquilo o hidroxialquilo C1-C4, R3 es un alquilo, alcarilo o hidroxialquilo C1-C22, y X es un equivalente anión monovalente. Preferiblemente, X es un halógeno, lo más preferiblemente cloruro o bromuro.
40

Preferiblemente, R1 y R2 son metilo. En realizaciones de la invención, R3 es preferiblemente alquilo C8-C18, más preferiblemente alquilo C10-C16. En realizaciones de la invención, R4 es preferiblemente metilo, alquilo C8-C18 o bencilo. De este modo, los tensioactivos catiónicos usados pueden tener tres radicales de "cadena corta" tales como metilo y un radical de "cadena larga" soluble en grasa o dos cadenas "cortas" y dos "cadenas largas" solubles en grasa, en donde las "cadenas largas" pueden ser hidrocarburos o bien lineales o bien ramificados o contener anillos aromáticos.
45

50 Los compuestos catiónicos activos como detergente particularmente adecuados incluyen el Praepagen HY de Clariant.

Adyuvante de detergencia

55 Una composición que se usa en pastillas de la invención contendrá habitualmente de 5 a 80%, más habitualmente de 15 a 60% en peso de adyuvante de detergencia. Esto se puede proporcionar totalmente mediante materiales solubles en agua, o se puede proporcionar en gran parte o incluso enteramente mediante material insoluble en agua con propiedades de ablandamiento de agua. El adyuvante de detergencia insoluble en agua puede estar presente como 5 a 80%p, mejor 5 a 60%p, de la composición.

60 Se recomiendan enérgicamente los aluminosilicatos de metal alcalino como adyuvantes insolubles en agua medioambientalmente aceptables para lavado de telas. Los aluminosilicatos de metal alcalino (preferiblemente sodio) pueden ser o bien cristalinos o bien amorfos o bien una mezcla de ellos, teniendo la fórmula general:

65
$$0,8-1,5 Na_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 0,8-6SiO_2 \cdot xH_2O$$

ES 2 304 489 T3

Estos materiales contienen algo de agua confinada (indicada como "xH₂O") y se requiere que tengan una capacidad de intercambio de ión calcio de al menos 50 mg CaO/g. Los aluminosilicatos de sodio preferidos contienen 1,5-3,5 unidades de SiO₂ (en la fórmula anterior). Tanto los materiales amorfos como los cristalinos se pueden preparar fácilmente mediante reacción entre silicato de sodio y aluminato de sodio, como se describe ampliamente en la bibliografía.

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

De manera concebible, un adyuvante de detergencia insoluble en agua podría ser silicato de sodio en capas como se describe en el documento US 4664839. NaSKS-6 es la marca comercial para un silicato cristalino en capas comercializado por Hoechst (abreviado comúnmente como "SKS-6"). El NaSKS-6 tiene la morfología delta-Na₂SiO₅ procedente del silicato en capas. Se puede preparar mediante métodos tales como se describen en los documentos DE-A-3.417.649 y DE-A-3.742.043. Otros de tales silicatos en capas, tales como los que tienen la fórmula general NaMSi_xO_{2x+1}·yH₂O en la que M es sodio o hidrógeno, x es un número de 1,9 a 4, preferiblemente 2, e y es un número de 0 a 20, preferiblemente se puede usar 0.

Los adyuvantes de detergencia inorgánicos que contienen fósforo, solubles en agua, incluyen los polifosfatos, pirofosfatos, metafosfatos y ortofosfatos de metal alcalino. Ejemplos específicos de adyuvantes inorgánicos de fosfato incluyen hexametafosfatos, ortofosfatos y tripolifosfatos de sodio y potasio.

Los adyuvantes solubles en agua no fosforosos pueden ser orgánicos o inorgánicos. Los adyuvantes inorgánicos que pueden estar presentes incluyen carbonato de metal alcalino (generalmente sodio); mientras que los adyuvantes orgánicos incluyen polímeros de policarboxilato, tales como poliacrilatos, copolímeros acrílico/maleico y fosfonatos acrílicos, policarboxilatos monoméricos, tales como citratos, gluconatos, oxidisuccinatos, mono-, di- y trisuccinatos de glicerol, carboximetiloxisuccinatos, carboximetiloximalonatos, dipicolinatos e hidroxietiliminodiacetatos.

Al menos una región (preferiblemente la segunda región) de una pastilla de lavado de telas incluye preferiblemente polímeros de policarboxilato, más especialmente poliacrilatos y copolímeros acrílico/maleico que pueden funcionar como adyuvantes y también inhibir la deposición no deseada sobre tela procedente de los licores de lavado.

Sistema de blanqueador

Las pastillas de acuerdo con la invención pueden contener un sistema de blanqueador en al menos una región de una pastilla, preferiblemente en la segunda región. Éste comprende preferiblemente uno o más compuestos de blanqueador de peróxido, por ejemplo persales inorgánicas o peroxiácidos orgánicos, que se pueden emplear en combinación con activadores para mejorar la acción de blanqueo a temperaturas bajas de lavado. Si está presente algún compuesto de peroxígeno, la cantidad es probable que se encuentre en un intervalo de 10 a 25% en peso de la composición.

Las persales inorgánicas preferidas son monohidrato y tetrahidrato de perborato de sodio y percarbonato de sodio, empleados ventajosamente junto con un activador. Los activadores de blanqueador, también denominados precursores de blanqueador, se han divulgado ampliamente en la técnica. Los ejemplos preferidos incluyen precursores de ácido peracético, por ejemplo tetraacetiletilendiamina (TAED), ahora en uso comercial extendido en combinación con perborato de sodio; y precursores de ácido perbenzoico. Los activadores de blanqueador de fosfonio y amonio cuaternario divulgados en los documentos US 4751015 y US 4818426 (Lever Brothers Company) también son de interés. Otro tipo de activador de blanqueador que se puede usar, pero que no es un precursor de blanqueador, es un catalizador de metal de transición como se divulga en los documentos EP-A-458397, EP-A-458398 y EP-A-549272. Un sistema de blanqueador también puede incluir un estabilizador de blanqueador (secuestrante de metal pesado) tal como fosfonato de tetrametileno de etilendiamina y fosfonato de pentametileno de dietilentriamina.

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

Otros ingredientes de detergente

Las pastillas de detergente de la invención también pueden contener (preferiblemente en la segunda región) una de las enzimas de detergencia bien conocidas en la técnica por su capacidad de degradar y ayudar en la retirada de diversas suciedades y manchas. Las enzimas adecuadas incluyen las diversas proteasas, celulasas, lipasas, amilasas y mezclas de ellas, que están diseñadas para retirar de las telas una diversidad de suciedades y manchas. Ejemplos de proteasas adecuadas son Maxatasa (marca comercial), como se suministra por Gist-Brocades N.V., Delft, Holanda, y Alcalasa (marca comercial) y Savinasa (marca comercial), como se suministran por Novo Industri A/S, Copenhagen, Dinamarca. Las enzimas de detergencia se usan comúnmente en forma de gránulos o esferonizados opcionalmente con un recubrimiento protector, en una cantidad de aproximadamente 0,1% a aproximadamente 3,0% en peso de la composición; y estos gránulos o esferonizados no presentan ningún problema con respecto a la compactación para formar una pastilla.

ES 2 304 489 T3

Las pastillas de detergente de la invención también pueden contener (preferiblemente en la segunda región) un fluoroscador (abrillantador óptico), por ejemplo Tinopal (marca comercial) DMS o Tinopal CBS disponibles de Ciba-Geigy AG, Basel, Suiza. El Tinopal DMS es disulfonato de 4,4'-bis-(2-morfolin-4-anilino-6-ilamino)estilbena de sodio; y el Tinopal CBS es disulfonato de 2,2'-bis-(fenil-estirilo) de sodio.

Ventajosamente se incluye (preferiblemente en la segunda región) un material antiespuma, especialmente si una pastilla de detergente está destinada primordialmente para uso en lavadoras automáticas de tipo de tambor de carga frontal. Los materiales antiespuma adecuados están habitualmente en forma granular, tal como los descritos en el documento EP 266863A (Unilever). Tales gránulos antiespuma típicamente comprenden una mezcla de aceite de silicón, gelatina de petróleo, sílice hidrófobo y alquilfosfato como material activo antiespuma, absorbido en un material absorbido poroso de portador inorgánico basado en carbonato, soluble en agua. Los gránulos antiespuma pueden estar presentes en una cantidad de hasta 5% en peso de la composición.

También puede ser deseable que una pastilla de detergente de la invención incluya una cantidad de un silicato de metal alcalino, particularmente orto-, meta- o disilicato de sodio. La presencia de tales silicatos de metal alcalino a niveles, por ejemplo, de 0,1 a 10%p puede ser ventajosa al proporcionar protección contra la corrosión de partes de metal en lavadoras, aparte de proporcionar algo de adyuvación y reportar beneficios de procesamiento en la fabricación del material de partículas que se compacta en pastillas.

Una pastilla para lavado de telas generalmente no contendrá más de 15%p de silicato. Una pastilla para lavado de vajilla a máquina contendrá a menudo más de 20%p de silicato. Preferiblemente, el silicato está presente en la segunda región de la pastilla.

Los ingredientes adicionales que se pueden emplear opcionalmente en una región de una pastilla de detergente de lavado de telas de la invención (preferiblemente la segunda región) incluyen agentes antiredeposición tales como carboximetilcelulosa de sodio, polivinilpirrolidona de cadena lineal y los éteres de celulosa tales como metilcelulosa y etilhidroxietilcelulosa; agentes suavizantes de telas; secuestrantes de metales pesados tales como EDTA; perfumes; y colorantes o motas coloreadas.

Ingredientes adicionales que se pueden usar opcionalmente en pastillas de la invención, preferiblemente en la segunda región, son favorecedores de dispersión. Ejemplos de favorecedores de dispersión adecuados son polímeros hinchables en agua (por ejemplo SMC), materiales altamente solubles (por ejemplo citrato de sodio, carbonato de potasio o acetato de sodio) o tripolifosfato de sodio, preferiblemente con al menos 40% de la forma de fase anhidra I.

Distribución y tamaño de partícula

La segunda región de una pastilla de detergente de esta invención es preferiblemente una matriz de partículas compactadas.

Preferiblemente, la composición de masa en partículas tiene un tamaño medio de partícula en el intervalo de 200 a 2000 μm , más preferiblemente de 250 a 1400 μm . Las partículas finas, más pequeñas de 180 μm o 200 μm , se pueden eliminar mediante tamizado antes de la prensadura de pastillas, si se desea, aunque se ha observado que esto no es siempre esencial.

Aunque la composición de masa en partículas de partida puede tener en principio cualquier densidad aparente, la presente invención es especialmente relevante para pastillas hechas compactando polvos de densidad aparentemente alta, debido a su mayor tendencia a exhibir problemas de dispersión y desintegración. Tales pastillas tienen la ventaja de que, en comparación con una pastilla derivada de un polvo de densidad aparente baja, una dosis dada de composición se puede presentar como una pastilla más pequeña.

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

Se conoce maquinaria de prensadura de pastillas capaz de llevar a cabo la fabricación de pastillas de la invención. Por ejemplo, prensas adecuadas de pastilla están disponibles en Fette y en Korch.

La prensadura de pastillas se puede llevar a cabo a temperatura ambiente o a una temperatura superior a la ambiente que puede permitir que se consiga una adecuada resistencia con menos presión aplicada durante la compactación. Con el fin de llevar a cabo la prensadura de pastillas a una temperatura que está por encima de la ambiente, la composición de masa en partículas se suministra preferiblemente a la maquinaria de prensadura de pastillas a una temperatura elevada. Esto por supuesto suministrará calor a la maquinaria de prensadura de pastillas, pero la maquinaria también se puede calentar de alguna otra manera.

El tamaño de una pastilla oscilará adecuadamente de 10 a 160 gramos, preferiblemente de 15 a 60 g, dependiendo de las condiciones de uso previsto y de si representa una dosis para una carga media en una lavadora de telas o lavavajillas o una fracción de tal dosis. Las pastillas pueden tener cualquier forma. Sin embargo, por facilidad de envasado, son preferiblemente bloques de sección transversal sustancialmente uniforme, tales como cilindros o cuboides. La densidad global de una pastilla se encuentra preferiblemente en un intervalo de 1040 ó 1050 g/litro hasta 1600 g/litro.

ES 2 304 489 T3

Ejemplo 1

8,6 kg de tensioactivo catiónico (Praepagen HY, liofilizado para retirar exceso de agua; de Clariant) y 48,5 kg de tensioactivo no iónico (7EO ramificado de BASF) se mezclaron y se neutralizaron hasta un pH de 9 usando una disolución de NaOH al 50%.

4 kg de ácido graso de jabón (ácido graso de Pristerene 4916 de Uniqema), 17 kg de propilenglicol diluyente (de Vopak) y 11,4 kg de materiales etoxilados (Tween 40) se añadieron a la mezcla.

La mezcla se mantuvo a una temperatura de alrededor de 80°C hasta que el ácido graso se hubo disuelto y después se neutralizó adicionalmente con una disolución de NaOH al 50% hasta un pH de 11.

Después de la neutralización hasta pH de 11, la mezcla se bombeó adentro de una secuencia de dos tubos de acero inoxidable mediante una bomba Maag Sinox P7 o bomba de pistón, de tipo SIBa HK 05016SST4000M000 de Prominent, Vleuten (NL). Ambos tubos eran de doble camisa. El primer tubo tenía 2,5 m de longitud y tenía un diámetro interno de 73 mm. El segundo tubo tenía 1,5 m de longitud y tenía un diámetro interno de 45 mm. Los tubos estaban conectados por una tubería de 10 cm de longitud.

La extrusión se realizó mediante hilera-cabezal (con diámetros internos de 24 y 32 mm respectivamente), que estaba unido al segundo tubo.

La mezcla se bombeó adentro de los tubos a una temperatura de 85°C con una producción de 4 kg/hora. El primer tubo se enfrió usando un baño de agua a 40°C. El segundo tubo se enfrió usando una mezcla 50:50 en peso de etilenglicol y agua. La temperatura del refrigerante era de -15°C. El material que salía del segundo tubo tenía una temperatura de aproximadamente 20°C y se recogió y se dividió en barras de alrededor de 0,5 m.

Después del almacenamiento, las barras se cortaron en rodajas cilíndricas lisas (18 mm de diámetro) de calidad comparable y de 15 gramos cada una.

El polvo de detergente se hizo mezclando los siguientes ingredientes:

Capa de polvo	%p
EAG (17% de silicona)	3,9
Fluorescedor (15%)	2,8
STP	58,0
Disilicato de Na (80%)	4,8
TAED (83%)	5,5
Percarbonato	20,3
Dequest 2047	2,4
Menores/enzimas/color	Hasta 100

Las pastillas se hicieron como viene a continuación:

Se insertaron 41 gramos del polvo en una hilera de 45 mm de una máquina de prensadura de pastillas, opcionalmente seguido de un paso de aplanamiento, seguido de la adición de una única parte lisa en la parte superior del lecho de polvo. Después de la adición de lo liso sobre el lecho de polvo o polvo aplanado, la totalidad del material se comprime a 30 kN en una única pastilla, seguido de la expulsión de la pastilla. Esto tiene como resultado una pastilla con una parte lisa incrustada en la pastilla de limpieza.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Una pastilla de limpieza que comprende una fase lisa, en la que la fase lisa comprende 30 a 100%p de tensioac-
tivos no jabonosos y en la que la relación en peso de tensioactivos catiónicos y tensioactivos no iónicos en dicha fase
lisa es de 1:1 a 1:10.
- 10 2. Una pastilla de limpieza de acuerdo con la reivindicación 1, que es una pastilla multifase, en la que está presente
la fase lisa y adicionalmente están presentes otra u otras fases.
- 15 3. Una pastilla de limpieza de acuerdo con la reivindicación 2, que comprende una fase lisa y una fase sólida
compuesta de masas en partículas, compactadas.
- 15 4. Una pastilla de limpieza de acuerdo con la reivindicación 3, en la que la fase lisa tiene un peso de 2 a 20 gramos
y la fase sólida tiene un peso de 10 a 50 gramos.
- 20 5. Una pastilla de limpieza de acuerdo con una o más de las reivindicaciones precedentes, en la que la fase lisa está
sustancialmente libre de tensioactivos aniónicos no jabonosos.
- 20 6. Método de lavado de telas, en el que se usa una pastilla de limpieza de acuerdo con una o más de las reivindica-
ciones precedentes.

25

30

35

40

45

50

55

60

65