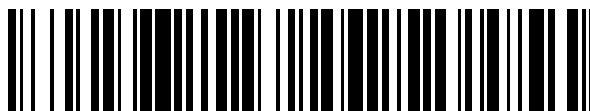


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 368 134**

51 Int. Cl.:
C11D 17/00 (2006.01)
C11D 3/06 (2006.01)
C11D 3/22 (2006.01)
C11D 3/12 (2006.01)
C11D 17/06 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **02716699 .0**
96 Fecha de presentación: **29.01.2002**
97 Número de publicación de la solicitud: **1358311**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **05.11.2003**

54 Título: **COMPOSICIONES DE LIMPIEZA.**

30 Prioridad:
05.02.2001 EP 01200407

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
14.11.2011

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
14.11.2011

73 Titular/es:
UNILEVER N.V.
WEENA 455
3013 AL ROTTERDAM, NL

72 Inventor/es:
BOSKAMP, Jelles V.;
CALLAGHAN, Ian;
CHOENNIE, Somdath y
LOOMANS, Paulus J. M.

74 Agente: **Linage González, Rafael**

ES 2 368 134 T3

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

DESCRIPCIÓN

Composiciones de limpieza

Campo de la invención

5 La presente invención se refiere a composiciones de limpieza en forma de pastillas. Se pretende que estas pastillas se disgreguen cuando se ponen en agua y, por tanto, se pretende que se consuman en un solo uso. Las pastillas pueden ser adecuadas para el uso en lavado de vajillas a máquina, el lavado de telas u otras tareas de limpieza.

Antecedentes de la invención

10 Los productos en forma de pastilla tienen varias ventajas con respecto a los productos en polvo: por ejemplo, no requieren medición y son así más fáciles de manipular y dispensar en la carga de lavado, y son más compactas, facilitando así un almacenamiento más económico.

Se han descrito composiciones detergentes en forma de pastilla y destinadas para el lavado de telas en varios documentos de patente incluyendo, por ejemplo los documentos WO-98/42817 y WO-99/20730 (todos de Unilever), y se venden en la actualidad comercialmente. Se han dado a conocer pastillas de composición adecuada para el lavado de vajillas a máquina en los documentos WO-96/23530 y US-A-5691293 y se venden comercialmente.

15 Las pastillas de una composición de limpieza se preparan generalmente comprimiendo o compactando una composición en forma de partículas. Aunque es deseable que las pastillas tengan una resistencia adecuada cuando están secas, aunque dispersándose y disolviéndose rápidamente cuando se ponen en contacto con agua, puede ser difícil obtener ambas propiedades juntas. Las pastillas formadas usando una presión de compactación baja tienden a desmenuzarse y disgregarse con la manipulación y el envasado; mientras que las pastillas compactadas con más energía pueden ser suficientemente cohesivas pero entonces no pueden disgregarse o dispersarse en una medida adecuada en el lavado. La preparación de pastillas a menudo se llevará a cabo con suficiente presión para lograr un equilibrio entre estas propiedades deseables pero antagonistas. Sin embargo, sigue siendo deseable mejorar una u otra de estas propiedades sin perjuicio para la otra de modo que se mejore el equilibrio global entre ellas. El documento US-A-3018267 (de Procter & Gamble) enseñó que la fuerza, y por tanto presión, que se aplica cuando se compacta una composición para dar pastillas debe ser limitada, o si no llevaría mucho tiempo que se disolviesen las pastillas.

30 Si una pastilla contiene tensioactivo orgánico, éste puede funcionar como aglutinante, plastificando la pastilla. Sin embargo, también puede retardar la desintegración de la pastilla formando un gel viscoso cuando la pastilla entra en contacto con agua. Por tanto, la presencia de tensioactivo puede hacer más difícil lograr tanto una buena resistencia como velocidad de disgregación: el problema ha demostrado ser especialmente grave con pastillas formadas mediante la compresión de polvos que contienen tensioactivo y reforzadas con adyuvante de detergencia insoluble tal como aluminosilicato de sodio (zeolita).

Se conoce cómo incluir materiales altamente solubles cuya función es potenciar la disgregación de pastillas cuando se ponen en agua de lavado. Algunas pastillas que se venden comercialmente incorporan urea para este fin.

35 El documento EP-A-711 827 (Unilever) enseña el uso de citrato de sodio para este fin y el documento EP-A-838519 (Unilever) enseña el uso de acetato de sodio trihidratado para este fin.

40 Varios documentos han enseñado que la disgregación de pastillas de composición de limpieza puede acelerarse incorporando en la pastilla una cantidad de un material insoluble en agua pero hinchable en agua que sirve para promover la disgregación de la pastilla cuando se pone en agua en el momento de uso. Tales documentos incluyen los documentos WO-98/40462 (Rettenmaier) y WO-98/40463 (Henkel). El documento DE 199 32 569 (Henkel) da a conocer el uso de agentes disgregantes auxiliares de un tamaño de partícula fino en pastillas para el lavado a máquina de vajillas.

45 Agentes hinchables en agua típicos que se han dado a conocer como posibles agentes disgregantes de pastillas son almidones, celulosa y derivados de celulosa, alginatos, dextranos, polivinilpirrolidonas reticuladas y caseína-formaldehído así como una amplia variedad de minerales de arcilla y ciertas resinas de intercambio iónico.

50 A menudo estos agentes hinchables en agua no tienen ninguna función en el lavado de telas excepto ayudar en la disgregación de las pastillas. Además, debido a que son insolubles y de tamaño de partícula relativamente grande, tienden a depositarse sobre la tela durante el lavado; véase por ejemplo el documento WO-98/55575 (Henkel). Como resultado, se han realizado varios intentos para minimizar la deposición de estos disgregantes, por ejemplo combinando un disgregante soluble en agua, hinchable en agua de ese tipo con un segundo adyuvante de disgregación altamente soluble (véanse los documentos WO-98/55582 y WO-98/55590 ambos de Unilever). Otros intentos han incluido el uso de un tamaño de partícula preferido del disgregante. Por ejemplo, el documento WO-98/55583 (Unilever) da a conocer el uso de tales materiales a una dimensión de partícula de al menos 400 µm para proporcionar una disgregación más eficaz. El documento WO-98/55575 (Henkel) enseña, sin embargo, el uso de

adyuvantes de disgregación de celulosa con un tamaño de partícula de inferior a 100 µm con el fin de minimizar la deposición. Para el documento DE 199 01 063, se mezcla el material de celulosa con un material de una capacidad de absorción de aceite determinada, que incluye algunas zeolitas.

5 Se ha encontrado que dos medidas diferentes de resistencia de la pastilla son relevantes para las propiedades observadas por un consumidor. La fuerza para provocar la fractura es una evaluación directa de la resistencia e indica la resistencia de la pastilla a la rotura cuando se manipula por un consumidor en el momento de uso. La cantidad de energía (o trabajo mecánico) puesta antes de la fractura es una medida de deformabilidad de la pastilla y es relevante para la resistencia a la rotura de las pastillas durante el transporte. Ambas propiedades son relevantes para la percepción del consumidor de las pastillas: los consumidores desean que las pastillas sean lo
10 suficientemente resistentes para manipularlas, que les lleguen intactas y que se disgreguen fácil y completamente en el momento de uso.

Por tanto, existe una necesidad de proporcionar una composición de limpieza en forma de una pastilla, que tiene una resistencia adecuada cuando está seca de modo que resiste la manipulación durante la fabricación, el envasado, transporte y almacenamiento, aunque dispersándose y disolviéndose en un tiempo aceptable cuando se
15 pone en contacto con un medio de lavado tal como agua, pero, sin provocar el problema adicional de residuos inaceptables sobre el sustrato que está limpiándose.

Sumario de la invención

Sorprendentemente, se ha descubierto ahora que si un adyuvante de disgregación hinchable en agua se granula conjuntamente con un material inorgánico insoluble en agua antes de incorporarse en una pastilla, y, se usa el
20 gránulo disgregante en una pastilla que comprende ciertas partículas solubles en agua, que promueven la disgregación, o, un adyuvante de aluminosilicato y una enzima, entonces el gránulo de disgregación es más eficaz. Entonces, es necesario usar menos cantidad del adyuvante de disgregación para una disgregación eficaz de la pastilla, disminuyendo a su vez la probabilidad de deposición del adyuvante de disgregación sobre el sustrato que está limpiándose.

25 Por tanto, según un primer aspecto, la presente invención proporciona una pastilla de composición detergente compactada, en partículas, que comprende tensioactivo no jabonoso y adyuvante de detergencia, comprendiendo la pastilla o una región diferenciada de la misma; una pastilla según la reivindicación 1.

Según un segundo aspecto, la presente invención proporciona una pastilla de composición detergente compactada, en partículas, según la reivindicación 6.

30 Según un tercer aspecto de la presente invención, se proporciona un procedimiento para preparar las pastillas anteriores, comprendiendo el procedimiento mezclar cogránulos disgregantes compactados con o bien partículas solubles en agua, que promueven la disgregación, o bien con material adyuvante de aluminosilicato y una o más enzimas de detergencia, y con otros constituyentes de la composición para producir una composición en partículas, poner una cantidad de la composición en partículas resultante dentro de un molde y compactar la composición
35 dentro del molde para producir la pastilla.

Descripción detallada

Una pastilla de la presente invención puede ser o bien homogénea o bien heterogénea. En la presente descripción, el término "homogénea" se usa para referirse a una pastilla producida mediante compactación de una única
40 composición en partículas, pero no implica que todas las partículas de esa composición sean de composición idéntica. El término "heterogénea" se usa para referirse a una pastilla que consiste en una pluralidad de regiones diferenciadas, por ejemplo capas, insertos o recubrimientos, cada uno derivado mediante compactación de una composición en partículas. En una pastilla heterogénea según la presente invención, cada región diferenciada de la pastilla tendrá preferiblemente una masa de al menos 5 gramos.

45 A menos que se indique de otro modo, todas las referencias a porcentajes en el presente documento son a porcentajes en peso basado en el peso total de la pastilla, o región de la misma.

Gránulos disgregantes

Una pastilla según la invención comprende tensioactivo no jabonoso, adyuvante de detergencia y un disgregante en forma de cogránulos compactados, comprendiendo dicho disgregante un material inorgánico insoluble en agua en forma de una zeolita y un agente hinchable en agua con una capacidad de hinchamiento en agua específica que en
50 su estado anhidro no comprende más del 20% en peso del peso combinado de dicho material inorgánico y dicho agente hinchable en agua del disgregante granular.

Por "insoluble en agua" tal como se usa en el presente documento, con relación al material de zeolita, se quiere decir una zeolita con una solubilidad en agua a 25°C inferior a 5 gramos por 100 gramos de agua, preferiblemente inferior a 1 gramo por 100 gramos de agua.

Zeolitas preferidas son zeolitas P, A, X o Y o mezclas de las mismas, prefiriéndose la zeolita P. Se ha encontrado que un tipo de zeolita P, la zeolita P de contenido máximo en aluminio, conocida como zeolita MAP y así denominada en el presente documento (por ejemplo DOUCIL A24 de Ineos Silicas UK) es especialmente eficaz.

5 Se ha encontrado que dichos disgregantes son más eficaces si las zeolitas contienen relativamente poca cantidad de agua. La cantidad preferida de agua en la zeolita depende del tipo de zeolita usada. Para las zeolitas A y P, se prefiere que la cantidad de agua sea inferior al 21% en peso de la zeolita, más preferiblemente inferior al 15% en peso, especialmente del 8 al 13% en peso. La zeolita MAP, contiene desde aproximadamente el 9 hasta aproximadamente el 12% en peso de agua y es especialmente útil según la presente invención.

10 Para la zeolita P se encontró que se obtienen buenos resultados a partir del material parcialmente hidratado, por ejemplo zeolita MAP. A medida que el contenido de agua aumenta en la zeolita P por encima de este intervalo (12% en peso para zeolita MAP), la eficacia como disgregante disminuye con el contenido de agua creciente. Se ha encontrado que la zeolita P totalmente hidratada (indicada como "DOUCIL" A28 en los ejemplos en el presente documento) que es menos eficaz como disgregante en comparación con la zeolita MAP.

15 Los aluminosilicatos de metales alcalinos, especialmente las zeolitas, se usan en composiciones detergentes como adyuvantes tales como se describe adicionalmente a continuación en el presente documento. Cuando una composición según la invención comprende una zeolita como adyuvante de detergencia, se prefiere que al menos una parte de la zeolita en la composición de limpieza se emplee como componente en la formación de los cogránulos disgregantes. Tal como se establece a continuación, el adyuvante, por ejemplo zeolita, comprende normalmente del 10 al 60% en peso de la composición total. Preferiblemente, la zeolita se usa en los cogránulos disgregantes y como parte del adyuvante de detergencia en la composición, en este caso al menos el 1% en peso del peso total de la composición comprende un constituyente de zeolita empleado en forma de cogránulos disgregantes.

25 El agente hinchable en agua comprende preferiblemente, en su estado anhidro, no más del 15% en peso, preferiblemente no más del 10% en peso, del peso combinado de dicha zeolita como material inorgánico y dicho agente hinchable en agua del codisgregante granular. Normalmente, el agente hinchable en agua comprende, en su estado anhidro, no más del 8% en peso, por ejemplo el 7,5% o menos del peso combinado de dicho material inorgánico y dicho agente. Generalmente, al menos el 1% del peso combinado de dicho material inorgánico y dicho agente hinchable en agua en los gránulos comprende el agente hinchable en agua. Se prefiere que el agente hinchable en agua comprenda en su estado anhidro del 1 al 15% en peso del peso combinado de dicho material inorgánico y dicho agente hinchable en agua.

30 Sorprendentemente, puede usarse una cantidad relativamente pequeña del agente hinchable en agua en la composición preparada en pastillas de la invención aunque todavía se proporciona un efecto aceptable. Habitualmente la cantidad de agente hinchable en agua, basado en el peso total de la composición preparada en pastillas, es inferior al 2% en peso, preferiblemente inferior al 1% de la composición. Habitualmente, sin embargo, al menos el 0,2% en peso del agente hinchable en agua está presente en la composición preparada en pastillas.

35 Normalmente, el agente hinchable en agua comprende un polímero, a menudo un polímero parcial o completamente reticulado, por ejemplo celulosa natural, celulosa reticulada, carboximetilcelulosa (sódica), carboximetilcelulosa sódica reticulada, almidón pregelatinizado, almidón reticulado o polivinilpirrolidona reticulada. Actualmente se prefieren Aquasorb A500 (de Hercules) y Ac-Di-Sol y Nilyn XL90 (de FMC Corporation, Estados Unidos).

40 El agente hinchable en agua en el gránulo disgregante es preferiblemente una carboximetilcelulosa reticulada, tal como Aquasorb A500, Ac-Di-Sol y Nilyn tal como se mencionó anteriormente. Se cree que estas carboximetilcelulosas reticuladas tienen niveles de reticulación y/o grado de sustitución particularmente adecuados para el uso en la presente invención.

45 Generalmente, las composiciones de la invención contendrán desde el 1% hasta el 20% en peso de los cogránulos disgregantes compactados basado en el peso total de las composiciones, preferiblemente del 2 al 15%, más preferiblemente del 3 al 10%, por ejemplo del 4 al 8% en peso. Si se incluyen los cogránulos para ayudar sólo a la disolución de las pastillas en lugar de a la disgregación, entonces la cantidad de los gránulos en las pastillas podría ser de tan sólo el 1% en peso.

50 El agente hinchable en agua preferiblemente tiene un tamaño de partícula principal promedio de hasta aproximadamente 600 μm , pero, convenientemente, tiene un tamaño de partícula principal promedio no superior a 200 μm , preferiblemente no superior a 100 μm .

Siendo el material inorgánico insoluble en agua una zeolita, se prefiere que los cogránulos disgregantes compactados tengan un tamaño medio de partícula en el intervalo de 700 a 1200 micrómetros.

55 El agente hinchable en agua tiene una capacidad de hinchamiento en agua de al menos 5 cm^3/gramo , preferiblemente al menos 10 cm^3/gramo y más preferiblemente al menos 20 cm^3/gramo tal como se determinó en la prueba que se describe a continuación en el presente documento.

5 Los cogránulos disgregantes compactados que comprenden la zeolita y el agente hinchable en agua pueden prepararse mediante cualquiera de los métodos que conocerán los expertos en la técnica, por ejemplo combinando los componentes secos en una mezcladora (tal como una mezcladora Pek disponible en George Tweedy & Co de Preston - 281b S.A. Machine) y compactando en una compactadora de rodillos (Alexanderwerk WP50 - fabricado por Alexanderwerk AG, D 5630 Remscheid 1, Alemania).

A continuación se describe en detalle un método preparativo típico a pequeña escala.

10 Se combinan el material inorgánico y el agente hinchable en agua en partes apropiadas, en una mezcladora Pek durante 30 minutos. Se compacta un mínimo de 2 kg de material combinado así preparado alimentándolo a una compactadora de rodillos Alexanderwerk, equipada con un sistema de desaireación a vacío de bloque sinterizado. La presión de rodillo se selecciona según la resistencia de gránulo deseada, mayores presiones conducen a gránulos más resistentes. Generalmente, la presión de rodillo está entre 8 y 25 MPa y una presión del rodillo típica es de 10 MPa. El material compactado de la compactadora se alimenta a una granuladora, que forma parte de la máquina, y se fuerzan a través de una malla y los gránulos resultantes se seleccionan en el intervalo de tamaño de partícula deseado, por ejemplo un tamaño medio de partícula promedio de 250 a 1500 μm , usando tamices de laboratorio convencionales. Preferiblemente, las partículas tienen un intervalo de tamaño de 250 a 1200 μm . Los gránulos, producidos de cualquier forma, comprenden una mezcla íntima de partículas de material inorgánico insoluble en agua y agente hinchable en agua.

Compuestos tensioactivos

20 Las composiciones de esta invención contienen uno o más tensioactivos no jabonosos. En una composición para el lavado de telas, éstas proporcionan preferiblemente desde el 5 hasta el 50% en peso de la composición de la pastilla o región de la misma, más preferiblemente desde el 8 o el 9% en peso de la composición hasta el 35% o el 40% en peso. Si la pastilla se compone de más de una región diferenciada, entonces estas cantidades preferidas de tensioactivo pueden aplicarse a la pastilla en su totalidad.

25 El tensioactivo orgánico puede estar presente como un componente en partículas granuladas en una cantidad de entre el 10 y el 70% en peso de las partículas, más preferiblemente del 15 al 50% en peso basado en el peso total de las partículas granuladas. Todo el tensioactivo en la composición puede estar contenido dentro de estas partículas. El tensioactivo puede ser aniónico (jabonoso o no jabonoso), catiónico, zwitteriónico, anfótero, no iónico o una combinación de éstos.

30 En una pastilla para el lavado de telas, puede estar presente tensioactivo aniónico en una cantidad de desde el 0,5 hasta el 50% en peso, preferiblemente desde el 2% o el 4% hasta el 30% o el 35% o el 40% en peso de la pastilla o región de la misma.

35 En una composición para el lavado de vajillas a máquina, es probable que el tensioactivo orgánico constituya desde el 0,5 hasta el 8%, más probablemente desde el 0,5 hasta el 5% de la composición de la pastilla o región de la misma y es probable que consista en tensioactivo no iónico, o bien solo o bien en una mezcla con tensioactivo aniónico.

Los expertos en la técnica conocen bien los tensioactivos aniónicos sintéticos (es decir, no jabonosos). Los ejemplos incluyen alquilbencenosulfonatos, particularmente alquilbencenosulfonatos de sodio lineales que tienen una longitud de cadena de alquilo de $\text{C}_8\text{-C}_{15}$; olefinasulfonatos; alcanosulfonatos; dialquilsulfosuccinatos; y éster-sulfonatos de ácidos grasos.

40 También puede ser deseable incluir uno o más jabones de ácidos grasos. Éstos son preferiblemente jabones de sodio derivados de ácidos grasos que se producen de manera natural, por ejemplo, los ácidos grasos del aceite de coco, sebo de bovino, aceite de girasol o de semilla de colza endurecida.

45 Los compuestos tensioactivos no iónicos adecuados que pueden usarse incluyen, en particular, los productos de reacción de compuestos que tienen un grupo hidrófobo y un átomo de hidrógeno reactivo, por ejemplo, alcoholes alifáticos, ácidos, amidas o alquilfenoles con óxidos de alquileo, especialmente óxido de etileno.

En ciertas formas de esta invención, la cantidad de tensioactivo no iónico se encuentra en un intervalo de desde el 4 hasta el 40%, mejor del 4 o el 5 hasta el 30% en peso de la composición de la pastilla o región de la misma. Muchos tensioactivos no iónicos son líquidos. Éstos pueden absorberse sobre las partículas de la composición antes de la compactación para dar pastillas.

50 Pueden usarse tensioactivos anfóteros junto con tensioactivos no iónicos o aniónicos o pueden usarse posiblemente ambos tensioactivos catiónicos. Éstos tienen frecuentemente un átomo de nitrógeno cuaternizado en un grupo de cabeza polar y un grupo hidrocarbonado unido de suficiente longitud para ser hidrófobo.

La cantidad de tensioactivo anfótero, si lo hubiera, puede ser posiblemente de desde el 3% hasta el 20 o el 30% en peso de la pastilla o región de una pastilla; la cantidad de tensioactivo catiónico, si lo hubiera, puede ser posiblemente de desde el 1% hasta el 10 o el 20% en peso de la pastilla o región de una pastilla.

Adyuvante de detergencia

5 Una composición que se compacta para formar pastillas o regiones de pastilla contiene normalmente un adyuvante de detergencia que sirve para eliminar o secuestrar iones calcio y/o magnesio en el agua. Por tanto, el adyuvante actúa como ablandador de agua. En pastillas de detergente, la cantidad de adyuvante es probable que sea de desde el 5% hasta el 80%, más habitualmente del 10% o el 15% hasta el 40%, el 55% o el 60% en peso de la pastilla.

10 El adyuvante de detergencia puede estar presente en partículas granuladas en una cantidad de desde el 20 hasta el 80% en peso, más preferiblemente del 20%, el 25% o el 30 al 60% en peso.

Los adyuvantes de detergencia pueden proporcionarse completamente mediante materiales solubles en agua, o pueden proporcionarse en gran parte o incluso totalmente mediante material insoluble en agua con propiedades de ablandamiento de agua.

15 Los aluminosilicatos de metales alcalinos están enormemente favorecidos como adyuvantes de detergencia aceptables para el medio ambiente para el lavado de telas, y se prefieren en esta invención. Los aluminosilicatos de metales alcalinos (preferiblemente, sodio) pueden ser o bien cristalinos o bien amorfos o bien mezclas de los mismos.

20 La categoría menos preferida de ablandadores inorgánicos que contienen fósforo soluble en agua incluye ortofosfatos, metafosfatos, pirofosfatos y polifosfatos de metales alcalinos. Ejemplos específicos de adyuvantes de detergencia de fosfato inorgánico incluyen tripolifosfatos, ortofosfatos y hexametfosfatos de sodio y potasio.

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

Las composiciones de pastillas incluyen preferiblemente polímeros de policarboxilato, más especialmente poliácridatos y copolímeros de acrílico/maleico que tienen alguna función como agentes de ablandamiento de agua y también inhiben la deposición no deseada del líquido de lavado sobre la tela.

30 Cuando la pastilla contiene adyuvante soluble en agua, está presente preferiblemente en una cantidad de desde el 10 hasta el 80% en peso basado en el peso total de la pastilla o región de la misma. Cuando la pastilla contiene adyuvante insoluble en agua, está presente preferiblemente en una cantidad de desde el 5 hasta el 80% en peso basado en el peso total de la pastilla o región de la misma.

35 Las pastillas que comprenden desde el 4 hasta el 50% en peso de tensioactivo y desde el 5 hasta el 80% en peso de adyuvante se prefieren especialmente para pastillas para el lavado de telas. Las pastillas que comprenden desde el 1 hasta el 5% en peso de tensioactivo y desde el 50 hasta el 98% de adyuvante de detergencia se prefieren especialmente para pastillas para el lavado de vajillas a máquina.

40 Para evitar dudas, cuando una pastilla es heterogénea, los intervalos de porcentajes para los componentes a los que se hace referencia en el presente documento pueden aplicarse a la composición global de la pastilla, así como a al menos una región de la pastilla.

Partículas solubles en agua, que promueven la disgregación

45 Según el primer aspecto de la invención, las composiciones de la invención, en o bien la pastilla entera o bien en una región de la misma, contienen partículas solubles en agua, que promueven la disgregación, además de los gránulos disgregantes. Estas partículas también pueden estar presentes según el segundo aspecto de la invención. Se prefiere que tales partículas que promueven la disgregación constituyan desde el 2%, 3%, 5%, 8% o el 10% hasta el 15%, 20%, 25% o el 30% en peso de la composición de la pastilla o región de la misma. Se prefiere especialmente que tales partículas que promueven la disgregación constituyan desde el 5% hasta el 25% en peso de la composición, basado en el peso total de la composición.

50 Tales partículas solubles contienen normalmente al menos el 40% (de su propio peso) de uno o más materiales que es distinto de tensioactivo orgánico o jabón y que tiene una solubilidad en agua desionizada de al menos 50 g/100 g a 20°C. Preferiblemente, se añade al menos una parte de las partículas solubles en agua, que promueven la disgregación, a una parte granulada previamente de la composición que puede contener tensioactivo orgánico y/o adyuvante de detergencia usados para producir la pastilla. También puede incluirse una proporción de tal material

soluble en partículas granuladas, en una cantidad de preferiblemente el 1 al 25% en peso, más preferiblemente del 3 o el 5% al 10% o el 15% en peso de estas partículas granuladas.

5 Más preferiblemente, este material soluble en agua se selecciona de compuestos que contienen al menos el 40% (en peso de las partículas) de uno o más materiales seleccionados del grupo que consiste en; compuestos con una solubilidad en agua que supera los 50 gramos/100 gramos en agua a 20°C; o tripolifosfato de sodio que contiene al menos el 50% de su propio peso de la forma anhidra de fase I; o tripolifosfato de sodio que está parcialmente hidratado de modo que contenga agua de hidratación en una cantidad que es al menos del 0,5% en peso del tripolifosfato de sodio en las partículas.

10 Tal como se explicará adicionalmente a continuación, estas partículas que promueven la disgregación también pueden contener otras formas de tripolifosfato u otras sales dentro del resto de su composición.

Si el material en tales partículas solubles en agua, que promueven la disgregación, puede funcionar como adyuvante de detergencia, (como es el caso con el tripolifosfato de sodio) entonces contribuye por supuesto a la cantidad total de adyuvante de detergencia en la composición de la pastilla.

15 Una solubilidad de al menos 50 g/100g de agua desionizada a 20°C es una solubilidad excepcionalmente alta: muchos materiales que se clasifican como solubles en agua son menos solubles que esto.

Se enumeran a continuación algunos materiales altamente solubles en agua que pueden usarse, con sus solubilidades expresadas como gramos de sólido para formar una disolución saturada en 100 gramos de agua desionizada a 20°C:

<u>Material</u>	<u>Solubilidad en agua</u> <u>(gramos/100 gramos de agua)</u>
Citrato de sodio dihidratado	72
Carbonato de potasio	112
Urea	>100
Acetato de sodio	119
Acetato de sodio trihidratado	76
Sulfato de magnesio 7H ₂ O	71

Por el contrario las solubilidades de algunos otros materiales comunes a 20°C son:-

<u>Material</u>	<u>Solubilidad en agua (g/100 g)</u>
Cloruro de sodio	36
Sulfato de sodio decahidratado	21,5
Carbonato de sodio anhidro	8,0
Percarbonato de sodio anhidro	12
Perborato de sodio anhidro	3,7
Tripolifosfato de sodio anhidro	15

20 Preferiblemente este material altamente soluble en agua se incorpora como partículas del material en una forma sustancialmente pura (es decir cada partícula de este tipo contiene más del 95% en peso del material). Sin embargo, dichas partículas pueden contener material de una solubilidad tal en una mezcla con otro material, siempre que el material de la solubilidad especificada proporcione al menos el 50% en peso de estas partículas.

25 Materiales solubles en agua preferidos, que tienen una solubilidad que supera los 50 gramos/100 gramos de agua desionizada a 20°C son el citrato de sodio dihidratado, urea y acetato de sodio. El acetato de sodio puede estar en una forma parcial o completamente hidratada (trihidratado). Se prefiere especialmente el acetato de sodio trihidratado.

30 Puede preferirse que el material altamente soluble en agua sea una sal que se disuelve en agua en una forma ionizada. A medida que se disuelve una sal de este tipo, conduce a un aumento local transitorio en la fuerza iónica que puede asistir en la disgregación de la pastilla impidiendo que se hinche el tensioactivo no iónico e inhibiendo la disolución de otros materiales.

Específicamente, las pastillas de esta invención pueden contener sal soluble en agua, con una solubilidad que supera los 50 g/100 g de agua desionizada a 20°C, tanto como un porcentaje pequeño dentro de dichas partículas granuladas como como partículas separadas que se mezclan con las mismas.

5 Dentro de las partículas granuladas que pueden contener tensioactivo y/o adyuvante, tal sal altamente soluble en agua puede estar presente en una cantidad de desde el 0 hasta el 30% en peso de esas partículas, preferiblemente de desde el 3 hasta el 10% o el 15% de las mismas, mientras los materiales añadidos a esas partículas antes de la preparación de pastillas pueden ser tales sales altamente solubles en una cantidad de desde el 2 o el 5% hasta el 15% en peso de la formulación de pastilla completa.

10 Otra posibilidad, que se prefiere menos, es que dichas partículas que promueven la disgregación sean partículas que contienen tripolifosfato de sodio con más del 50% (en peso de las partículas) de la forma anhidra de fase I, y, que está parcialmente hidratado de modo que contenga agua de hidratación en una cantidad que es al menos del 1% en peso del tripolifosfato de sodio.

15 El tripolifosfato de sodio es muy conocido como adyuvante de secuestro en composiciones detergentes. Existe en una forma hidratada y dos formas anhidras cristalinas. Estas son la forma anhidra cristalina normal, conocida como fase II que es la forma de baja temperatura, y la fase I que es estable a alta temperatura.

El resto de la composición de pastilla usada para formar la pastilla o región de la misma puede incluir tripolifosfato de sodio adicional. Éste puede estar en cualquier forma, incluyendo tripolifosfato de sodio con un alto contenido de la forma anhidra de fase II. El material adecuado está disponible comercialmente. Los proveedores incluyen Rhone-Poulenc, Francia y Rhodia, RU.

20 Algunos países requieren que no se use fosfato. Para tales países, una pastilla con cero fosfato según esta invención puede utilizar una cantidad adecuada, por ejemplo el 15% en peso o más de material que promueve la disgregación con solubilidad de al menos 50 g/100 g a 20°C. Otros países permiten el uso, o al menos cierto uso limitado, de fosfatos, haciendo posible el uso de cierta cantidad de tripolifosfato de sodio.

Polímero orgánico soluble en agua opcional

25 Las pastillas de la presente invención pueden incluir un polímero orgánico soluble en agua que es sólido a 25°C para actuar como aglutinante para la composición en partículas cuando se compacta. Éste puede incluirse en partículas granuladas que contienen tensioactivo orgánico y/o adyuvante de detergencia.

Sistema de blanqueo opcional

30 Las composiciones preparadas en pastillas según la invención pueden contener un sistema de blanqueo. Éste comprende preferiblemente uno o más compuestos de blanqueo de peroxi, por ejemplo, persales inorgánicas o peroxiácidos orgánicos, que pueden emplearse junto con activadores para mejorar la acción blanqueadora a bajas temperaturas de lavado. Si está presente cualquier compuesto de peroxígeno, es probable que la cantidad se encuentre en un intervalo de desde el 10 hasta el 25% en peso de la composición de la pastilla o región de la misma.

Enzimas

35 Las pastillas según el segundo aspecto de la invención comprenden una o más enzimas de detergencia. Preferiblemente, la enzima se selecciona de amilasa, proteasa, celulasa, lipasa y mezclas de las mismas. Las enzimas mencionadas anteriormente se diseñan para eliminar una variedad de suciedades y manchas de los telas. Las pastillas de detergente según el primer aspecto de la invención también pueden comprender una o más enzimas de detergencia.

Otros componentes opcionales

45 Las pastillas de la invención pueden contener también un agente que fluoresce, un material antiespumante en una cantidad de hasta el 5% en peso de la composición de la pastilla o región de la misma, un silicato de metal alcalino, particularmente orto, meta o disilicato de sodio para proporcionar protección frente a la corrosión de las piezas metálicas en las lavadoras.

Densidad aparente de polvo de detergente no compactado y granulación

50 Aunque la composición en partículas inicial a partir de la que se producen las pastillas puede tener en principio cualquier densidad aparente, la presente invención puede ser especialmente relevante para pastillas de composición detergente preparadas compactando polvos de densidad aparente relativamente alta, debido a su mayor tendencia a presentar problemas de disgregación y dispersión. 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 puede presentarse como una pastilla más pequeña.

Por tanto, la composición en partículas inicial puede tener adecuadamente una densidad aparente de al menos 400 g/litro, preferiblemente al menos 500 g/litro, y posiblemente al menos 600 g/litro.

5 Las composiciones detergentes granuladas de densidad aparente alta, preparadas mediante granulación y densificación en una mezcladora/granuladora de alta velocidad, tal como se describe y reivindica en los documentos EP-A-340 013 (Unilever), EP-A-352 135 (Unilever) y EP-A-425 277 (Unilever), o mediante los procedimientos de granulación/densificación continuos descritos y reivindicados en los documentos EP-A-367 339 (Unilever) y EP-A-390 251 (Unilever), son inherentemente adecuadas para el uso en la presente invención.

10 Se describe otro procedimiento particularmente adecuado para la preparación de un polvo de detergente de alta densidad aparente en el documento WO-A-98/11193 (Unilever). En este documento, la materia prima del ácido de partida para la producción del tensioactivo aniónico se neutraliza parcialmente, por ejemplo mediante hidróxido de sodio, antes de alimentarse a una mezcladora-densificadora de alta velocidad (por ejemplo Lodige CB 30 Recycler) en la que la materia prima de ácido parcialmente neutralizado se neutraliza completamente, mientras se mezcla con la mayoría de otros componentes del gránulo de polvo base de detergente. Este polvo puede densificarse adicionalmente tratándolo en una mezcladora de velocidad moderada (por ejemplo mezcladora Lodige KM 300), pudiendo añadirse antes de esa etapa adyuvante de detergencia adicional. El material de polímero soluble en agua se añade preferiblemente antes de la etapa de densificación adicional, aunque puede añadirse en la primera mezcladora. El material de polímero soluble en agua puede calentarse hasta una temperatura considerablemente superior a su punto de fusión para obtener un líquido fluido. El polvo resultante puede enfriarse y secarse usando un lecho fluido, tras el que puede ejercerse cualquier control de tamaño de partícula deseado.

20 Puede mezclarse cualquier partícula separada que contenga componentes adicionales de la formulación terminada con el polvo base antes de la compactación.

Control del tamaño de partícula

25 Pueden controlarse los tamaños de partícula en el procedimiento de preparación de cualquier partícula incluida en la composición. Normalmente se eliminan las partículas de mayor tamaño al especificado mediante tamizado (por ejemplo mediante un tamiz Mogensen) al final del procedimiento de producción, seguido por molienda y recirculación de la fracción con tamaño mayor al especificado. Las partículas con tamaño menor al especificado también pueden eliminarse mediante tamizado, o si el procedimiento de preparación emplea un lecho fluidizado entonces las partículas con tamaño menor al especificado pueden arrastrarse en la corriente de aire y posteriormente recuperarse de la misma para recircularse a la etapa de granulación.

30 Se prefiere que el tamaño de partícula promedio de partículas granuladas que forman la composición en partículas a partir de la que se forma la pastilla esté entre 400 y 1100 micrómetros, preferiblemente entre 500 y 1000 micrómetros. Preferiblemente no más del 5% de estas partículas son menores que 200 micrómetros mientras que no más del 5% son mayores que 1400 micrómetros.

35 Los materiales que se mezclan con las partículas granuladas pueden cumplir también con estos requisitos con respecto al tamaño de partícula. Estos materiales (añadidos posteriormente) comprenden normalmente de desde el 5% - 60% en peso del peso total de la composición final, más habitualmente del 35 al 55% en peso.

Preparación de pastillas

40 La preparación de pastillas supone la compactación de una composición en partículas. Se conoce, y puede usarse, variedad de maquinaria de preparación de pastillas. Generalmente funcionará estampando una cantidad de la composición en partículas que se confina en un troquel. La preparación de pastillas puede llevarse a cabo a temperatura ambiental o a una temperatura superior a la ambiental que puede permitir que se logre la resistencia adecuada con menos presión aplicada durante la compactación. Con el fin de llevar a cabo la preparación de pastillas a una temperatura que es superior a la ambiental, se suministra preferiblemente la composición en partículas a la maquinaria de preparación de pastillas a una temperatura elevada. Naturalmente, esto suministrará calor a la maquinaria de preparación de pastillas, pero la maquinaria también puede calentarse de alguna otra manera. Si se suministra cualquier tipo de calor, se prevé que éste se suministrará de manera convencional, tal como haciendo pasar la composición en partículas a través de un horno, en lugar de cualquier otra aplicación de energía de microondas.

50 El tamaño de una pastilla oscilará adecuadamente desde 10 hasta 160 gramos, preferiblemente desde 15 hasta 60 gramos, dependiendo de las condiciones del uso previsto, y ya represente una dosis para una carga promedio en una máquina lavadora de telas o lavavajillas o una parte fraccional de tal dosis. Las pastillas pueden ser de cualquier forma. Sin embargo, para facilidad de envasado son preferiblemente bloques de sección transversal sustancialmente uniforme, tales como cilindros o cuboides.

55 La densidad global de una pastilla para el lavado de telas se encuentra preferiblemente en un intervalo de desde 1040 ó 1050 g/litro, preferiblemente al menos 1100 g/litro hasta 1400 g/litro. La densidad de la pastilla puede encontrarse bien en un intervalo de hasta no más de 1350 o incluso 1250 g/litro. La densidad global de una pastilla

de alguna otra composición de limpieza, tal como una pastilla para el lavado de vajillas a máquina o como aditivo blanqueador, puede oscilar hasta 1700 g/litro y se encontrará a menudo en un intervalo de desde 1300 hasta 1550 g/litro.

- 5 La pastilla de detergente puede prepararse mediante un procedimiento que comprende mezclar los cogranulos disgregantes compactados o bien con las partículas solubles en agua, que promueven la disgregación, o bien con el material adyuvante de aluminosilicato y una o más enzimas de detergencia, y con los otros constituyentes de la composición, poner una cantidad de la composición en partículas resultante dentro de un molde y compactar la composición dentro del molde para producir la pastilla.

Pruebas de pastillas - disgregación

- 10 La velocidad de disgregación de las pastillas en los ejemplos se midió por medio de un procedimiento de prueba en condiciones estáticas en el que se puso una pastilla pesada previamente sobre una rejilla metálica con laberintos de 1 X 1 cm y entonces se sumergieron la pastilla y la rejilla en una cantidad adecuada de agua del grifo de 15° FH (dureza francesa) a 10°C o 20°C de modo que la pastilla cuando está sumergida se cubre por 2 cm de agua. Tras 60 segundos, se extrae cuidadosamente la rejilla metálica del agua y se pesa el residuo de pastilla húmedo. Si la
15 pastilla se disgregó completamente en este tiempo entonces se registra el tiempo que lleva la disgregación al 100%.

Se prefiere especialmente que las pastillas presenten una disgregación del 50% o más en la prueba anterior, más preferiblemente del 60% o más, lo más preferiblemente del 70% o más.

Resistencia de la pastilla

- 20 La resistencia de las pastillas, en su estado seco tal como se prepararon en la prensa de compactación, puede determinarse según su tensión por fractura diametral DFS (*diametric fracture stress*), que se calcula a partir de la ecuación:

$$DFS = \frac{2F_{\max}}{\pi Dt}$$

- 25 en la que DFS es la tensión por fractura diametral en Pascales, F_{\max} es la carga aplicada en Newtons para provocar la fractura, D es el diámetro de la pastilla en metros y t es el espesor de la pastilla en metros. La prueba se lleva a cabo usando un instrumento de prueba universal de tipo Instron para aplicar fuerza de compresión sobre un diámetro de la pastilla (es decir perpendicular al eje de una pastilla cilíndrica). Se prefiere que las pastillas tengan una DFS de al menos 20 kPa más preferiblemente al menos 25 kPa, tal como 30 kPa o más.

- 30 Se pretende que las pastillas, cuando se usan como pastillas para el lavado de telas en una lavadora automática, puedan añadirse o bien al depósito de dispensación de detergente en polvo, o bien, directamente en el tambor de lavado. Esto puede producirse o bien manual o bien automáticamente.

Determinación de la capacidad de hinchamiento en agua

- 35 Para demostrar la capacidad de hinchamiento en agua del agente hinchable en agua, se mezclaron 19,6 gramos del agente o vehículo con 0,4 gramos de pigmento ultramarino y se comprimieron para dar una pastilla usando una prensa de pastillas de laboratorio a aproximadamente 250 MPa para proporcionar una pastilla de 32 mm de diámetro. Ésta se trituró y se tamizó para proporcionar gránulos de tamaño de partícula de 500 - 1000 μm . Se sumergió en vertical un tubo de vidrio de 33 mm de diámetro interno y aproximadamente 30 cm de largo con un disco de vidrio poroso sinterizado (porosidad 1) fijado en un extremo, con dicho extremo más abajo, en un vaso de precipitados grande de agua (a 25°C) de modo que el nivel del agua se elevó hasta aproximadamente 14 cm por encima del vidrio sinterizado. Se añadió 1 gramo de los gránulos al tubo y se permitió que se asentaran sobre el
40 disco de vidrio sinterizado. Con esta disposición, el agua tiene acceso a los gránulos tanto desde arriba como desde abajo. Los gránulos empezaron inmediatamente a hincharse, formando una masa similar a la gelatina. El pigmento ultramarino le confirió un color azul a la masa haciendo que fuese fácil de ver el extremo y registrar su altura. Se registró a intervalos la altura de la masa que estaba hinchándose y mostró una rápida elevación inicial seguida por una estabilización tras aproximadamente 20-30 minutos. A partir del diámetro del tubo, puede calcularse el volumen de la masa que se ha hinchado. El resultado se expresó como cm^3/g del agente hinchable en agua tras 20 minutos.
45

- 50 Las pastillas de detergente/limpieza de la invención son adecuadas para el uso en lo que se conoce en la técnica como aplicaciones de "cuidado del hogar". Es decir, pastillas de detergente que son adecuadas para el uso en las operaciones de limpieza y mantenimiento llevadas a cabo normalmente en el hogar. No incluye operaciones llevadas a cabo directamente sobre un cuerpo de animal o ser humano que se conocen como aplicaciones del "cuidado personal". Los ejemplos de pastillas de detergente para el "cuidado del hogar" incluyen; pastillas para colada, pastillas para el lavado a máquina de vajillas, pastillas para la limpieza de superficies duras, pastillas para la limpieza del inodoro, pastillas blanqueadoras, pastillas de ablandamiento de agua, etc.

Ejemplos

La invención se describirá adicionalmente mediante referencia a los siguientes ejemplos. Resultarán evidentes ejemplos adicionales dentro del alcance de la presente invención para el experto en la técnica.

Preparación de un polvo granulado concentrado

- 5 Se prepararon dos polvos de detergente granulares concentrados que tenían las composiciones en la tabla 1 granulando los componentes anteriores al título “componentes dosificados posteriormente” con alta cizalladura seguido por densificación a cizalladura reducida y entonces añadiendo a este componente granular los componentes dosificados posteriormente tal como se describió anteriormente en el presente documento bajo el título “Proceso de granulación”.

10 Tabla 1; Formulaciones de polvo concentrado

	Concentrado 1	Concentrado 2
Alquilbencenosulfonato de sodio lineal	14,25	11,99
Alcohol graso C ₁₃₋₁₅ con 7EO, ramificado.	4,28	3,43
Alcohol graso C ₁₃₋₁₅ con 3EO, ramificado.	-	1,84
Jabón	0,75	0,91
Zeolita* ¹ (anhidra)	27,62	26,8
Combinación de acetato de sodio trihidratado/zeolita (mezcla 99:1 en peso)	3,72	3,43
Carbonato de sodio	4,00	3,98
Carboximetilcelulosa sódica (69% en peso de compuesto activo)	0,58	0,54
Sales, humedad y NDOM* ²	5,08	4,82
COMPONENTES DOSIFICADOS POSTERIORMENTE;		
Gránulos antiespumantes	2,74	2,25
Coadyuvante que fluoresce	2,74	2,11
Coadyuvante SOKALAN HP23* ³	1,37	1,41
Citrato de sodio dihidratado	-	4,93
Gránulos de tetraacetiletilendiamina (TAPED), (83% de compuesto activo)	5,48	5,28
Percarbonato de sodio (recubierto)* ⁴	20,55	19,71
Gránulos de silicato de sodio (80% de compuesto activo)	4,53	4,22
Granulado de EDTMP (DEQUEST 2047)* ⁵	1,01	1,01
Granulado de EHDP (DEQUEST 2016)* ⁶	0,68	0,7
Perfume	0,62	0,63
TOTAL	100% en peso	100% en peso

*¹ 'DOUCIL A24', una zeolita P de contenido máximo en aluminio (MAP) de Ineos Silicas, RU.

*² NDOM es materia orgánica no detergente

*³ SOKALAN HP23 es un copolímero injertado de poli(óxido de etileno) y poli(acetato de vinilo) de BASF, Alemania.

*⁴ Percarbonato recubierto de Interlox, RU.

*⁵ DEQUEST 2047 es fosfonato de etilendiaminotetrametileno de Monsanto.

*⁶ DEQUEST 2016 es difosfonato de hidroxietileno de Monsanto.

*⁷ SOKALAN CP5 es un copolímero de ácido acrílico y ácido maleico de BASF, Alemania.

5 Gránulos disgregantes A a G

Se prepararon siete gránulos disgregantes mediante el método preparativo típico descrito bajo el título “Gránulos disgregantes”. Los gránulos disgregantes usaron o bien una zeolita o bien una sílice como el material inorgánico insoluble en agua. Se escogió el agente hinchable en agua de uno de cuatro tipos de agentes hinchables en agua. Los gránulos tenían las composiciones facilitadas en la tabla 2 y se tamizaron para recoger la fracción que tenía un tamaño de partícula de 250 a 700 µm o de 700 a 1200 µm. A menos que se indique de otro modo, el tamaño de partícula es de 700 a 1200 µm. Las cantidades facilitadas en la tabla 2 son los porcentajes de cada componente en el gránulo disgregante y suman un total del 100% en peso basado en el peso total del gránulo.

Tabla 2; Composiciones de gránulo disgregante

	A	B	C	D	E	F	G
Material inorgánico;							
Zeolita P* ¹	92,5		92,5	92,5	92,5		
Zeolita A4						92,5	
Zeolita P* ⁸							92,5
Sílice		92,5					
Agente hinchable en agua							
Aquasorb A500* ⁹	7,5	7,5					
Ac-Di-Sol* ¹⁰			7,5				
Arboceel FT40* ¹¹				7,5		7,5	7,5
National Starch 78-1551* ¹²					7,5		

*⁸ Zeolita “DOUCIL A24” completamente hidratada de Crosfield.

15 *⁹ CMC reticulada de Hercules.

*¹⁰ CMC reticulada de FMC Corporation, Estados Unidos.

*¹¹ Fibra de celulosa en bruto de tamaño de partícula de aproximadamente 200 µm de Rettenmaier, Alemania.

*¹² Almidón de maíz pregelatinizado de National Starch and Chemical Company.

Ejemplos comparativos C1 y C2.

20 Se mezcló la composición de “concentrado 1” de la tabla 1 con combinación de acetato de sodio trihidratado/zeolita (99:1 partes en peso) adicional tal como se muestra en la tabla 3 para producir los ejemplos comparativos C1 y C2. El ejemplo comparativo C1 no contiene gránulo disgregante. El ejemplo comparativo C2 tampoco contiene gránulo disgregante pero contiene CMC reticulada Aquasorb A500 añadida como componente separado así como cierta cantidad de polvo de zeolita adicional. Las cantidades en la tabla 3 suman un total del 100% en peso.

25

Tabla 3; ejemplos comparativos C1 y C2.

	C1	C2
Composición de concentrado 1	78,0	74,0
Combinación de acetato de sodio/zeolita	22,0	21,0
Aquasorb A500 ⁹	-	0,35
Zeolita ^{*1}	-	4,65

5 Se prepararon partes de 40 g de cada composición comparativa en pastillas cilíndricas de 44,5 mm de diámetro y 18-22 mm de altura usando una máquina de preparación de pastillas de laboratorio Graseby Specac. Se ajustó la presión de compactación usada para cada pastilla de modo que se compactaron todas las pastillas a la misma tensión por fractura diametral de 30 kPa. Se determinó la resistencia de las pastillas, en su estado seco como se prepararon en la prensa, como su tensión por fractura diametral DFS mediante el método detallado en la descripción de la invención anteriormente.

Ejemplos 1 a 11

10 Se mezcló la composición de "concentrado 1" de la tabla 1 con cantidades variables de gránulo disgregante y en algunos ejemplos la combinación de acetato de sodio trihidratado/zeolita (99:1 partes en peso) adicional tal como se muestra en la tabla 4 para producir los ejemplos 1 a 11 que son ejemplos según la invención. Las cantidades en la tabla 4 suman hasta un total del 100% en peso. De la A a la E a continuación se refieren al gránulo disgregante para el que se facilitaron detalles anteriormente.

15 Tabla 4; preparación de los ejemplos 1 a 11.

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Concentrado 1	73	73	95	95	73	73	95	95	75	75	75
A, 250-700 μm	5	-	5	-	-	-	-	-	-	-	-
A, 700-1200 μm	-	5	-	5	-	-	-	-	-	-	-
B, 250-700 μm	-	-	-	-	5	-	5	-	-	-	-
B,700-1200 μm	-	-	-	-	-	5	-	5	-	-	-
C	-	-	-	-	-	-	-	-	4	-	-
D	-	-	-	-	-	-	-	-	-	4	-
E	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	4
Combinación de acetato de Na/zeolita	22	22	-	-	22	22	-	-	21	21	21

Se compactaron estas composiciones en una prensa de preparación de pastillas de laboratorio Graseby tal como se detalló anteriormente para los ejemplos comparativos C1 y C2 anteriores.

Resultados de disgregación de los ejemplos comparativos C1 y C2 y los ejemplos 1 a 11.

20 Se midió la velocidad de disgregación de las pastillas en condiciones estáticas tal como se describe anteriormente bajo el título "Pruebas de pastillas - disgregación". Los resultados de disgregación se facilitan en la tabla 5.

Tabla 5; resultados de disgregación de los ejemplos 1-11 y ejemplos comparativos C1 y C2.

Ejemplo	% de disgregación en 60 segundos a 20°C
C1	Absorbe agua; aumento de peso del 20%
C2	17%
1	77%
2	100%
3	11%
4	32%
5	57%
6	38%
7	57%
8	49%
9	100%
10	82%
11	70%

5 Los resultados anteriores muestran que con los gránulos disgregantes de la invención puede obtenerse una buena disgregación de una pastilla de detergente en un tiempo aceptable. En ausencia de acetato añadido posteriormente, los gránulos disgregantes que comprenden sílice como el material inorgánico son más eficaces que aquéllos que comprenden zeolita. El ejemplo 3 muestra una disgregación mejorada con respecto al ejemplo comparativo C1 (que no comprende gránulo disgregante, ni acetato). Esto se observa para los tamaños de partícula del gránulo disgregante tanto mayor como menor (compárense los ejemplos 3 y 7 y 4 y 8). Aumentando el tamaño de partícula del gránulo disgregante, puede mejorarse el resultado de disgregación (compárense los ejemplos 3 y 4). Sin embargo, en presencia de acetato los gránulos disgregantes que comprenden zeolita como el material inorgánico son más eficaces que aquéllos que comprenden sílice. Se observa esto para los tamaños de partícula del gránulo disgregante tanto mayor como menor (compárense los ejemplos 1 y 5 y 2 y 6). El ejemplo comparativo 2 muestra que el acetato, en ausencia del gránulo disgregante solo no es totalmente eficaz.

10 Los ejemplos 9 a 11 muestran que los siguientes polímeros hinchables en agua son eficaces como parte del gránulo disgregante en orden descendente; Ac-Di-Sol > Arbocel FT40 > National Starch 78-1551. Esto demuestra que los disgregantes de CMC reticulada son más eficaces que el almidón pregelatinizado. El ejemplo comparativo C1 demuestra que en ausencia de o bien un polímero hinchable o bien el gránulo disgregante la pastilla no se disgrega sino que en su lugar absorbe agua. El ejemplo comparativo C2 demuestra que se logra una disgregación limitada cuando el vehículo inorgánico y el polímero hinchable se añaden en una forma no granulada.

20 Ejemplo comparativo C3.

Se mezcló la composición de “concentrado 2” de la tabla 1 con Combinación de acetato de sodio trihidratado/zeolita adicional (99:1 partes en peso) como se muestra en la tabla 6 para producir el ejemplo comparativo C3.

Tabla 6; ejemplo comparativo C3

Composición de concentrado 2	76,6
Combinación de acetato de sodio/zeolita	23,4

25 Se prepararon partes de 40 g de la composición C3 en pastillas cilíndricas tal como se detalló anteriormente para los ejemplos comparativos C1 y C2.

Ejemplos 12 a 19

5 Se mezcló la composición de "concentrado 2" de la tabla 1 con cantidades variables de gránulo disgregante y en algunos ejemplos con Combinación de acetato de sodio trihidratado/zeolita adicional (99:1 partes en peso) y/o polvo de PEG 1500 tal como se muestra en la tabla 7 para producir los ejemplos 12 a 19 que son ejemplos según la invención. Las cantidades en la tabla 7 suman un total del 100% en peso. De C a G en la tabla se refieren al gránulo disgregante.

Tabla 7; preparación de los ejemplos 12 a19.

	12	13	14	15	16	17	18	19
Concentrado 2	75	75	75	71,6	71,6	83	83	83
C	-	-	-	5	-	15	-	-
D	4	-	-	-	5	-	15	-
E	-	-	-	-	-	-	-	15
F	-	-	4	-	-	-	-	-
G	-	4	-	-	-	-	-	-
Polvo de PEG 1500	-	-	-	2	2	2	2	2
Combinación de acetato de Na /zeolita-	21	21	21	21,4	21,4	-	-	-

10 Se compactaron estas composiciones en una prensa de preparación de pastillas de laboratorio Graseby tal como se describe anteriormente para los ejemplos comparativos C1 y C2 anteriores.

Resultados de disgregación del ejemplo comparativo C3 y los ejemplos 12 a 19.

Se midió la velocidad de disgregación de las pastillas en condiciones estáticas tal como se describió bajo el título "Prueba de pastillas - disgregación". Los resultados de disgregación se facilitan en la tabla 8.

Tabla 8; resultados de disgregación de los ejemplos 12-19 y el ejemplo comparativo C3.

15

Ejemplo	% de disgregación en 60 segundos a 20°C
C3	Absorbe agua; aumento de peso del 19%
12	100%
13	9%
14	14%
15	89%
16	93%
17	72%
18	100%
19	87%

20 Cuando se usa un vehículo de zeolita en el gránulo disgregante, se ha encontrado que funciona particularmente bien la zeolita MAP (véanse los ejemplos 12 y 15-19). El ejemplo 13 demuestra que hidratar completamente la zeolita*¹ (tal como se usa en los gránulos disgregantes A y C-E) da como resultado valores de disgregación inferiores. El ejemplo 14 demuestra que la zeolita conocida como zeolita A4 tampoco es tan eficaz como la zeolita*¹ como vehículo. Los ejemplos 17 a 19 muestran buenos resultados para niveles altos del gránulo disgregante en ausencia

de acetato añadido posteriormente. El ejemplo comparativo C3 demuestra que la disgregación no se logra en ausencia del gránulo disgregante.

Ejemplos 20 a 22

- 5 Se prepararon los ejemplos 20 a 22 preparando un polvo base mediante granulación tal como se describió anteriormente para las composiciones de concentrado para obtener una composición que tiene las composiciones globales facilitadas en la tabla 9.

ES 2 368 134 T3

Tabla 9; Componente	% en peso		
	20	21	22
Alquilbencenosulfonato de sodio lineal	9,01	8,84	8,67
Alcohol graso C ₁₃₋₁₅ con 7EO, ramificado.	2,58	2,53	2,48
Alcohol graso C ₁₃₋₁₅ con 3EO, ramificado.	1,38	1,35	1,33
Jabón	0,68	0,67	0,66
Zeolita* ¹ (anhidro)	20,15	19,75	19,37
Combinación de acetato de sodio trihidratado/zeolita (mezcla 99:1 en peso)	2,58	2,53	2,48
Carbonato de sodio	2,99	2,93	2,88
Carboximetilcelulosa de sodio (69% en peso de compuesto activo)	0,40	0,39	0,39
Sales, humedad y NDOM* ²	3,63	3,55	3,49
Componentes dosificados posteriormente;			
Polvo de polietilenglicol 1500	-	1,96	3,85
Gránulo disgregante A	4,00	3,92	3,85
Gránulos antiespumantes	1,74	1,71	1,67
Coadyuvante que fluoresce	1,50	1,47	1,44
Coadyuvante SOKALAN HP23* ³	1,00	0,98	0,96
Polivinilpirrolidona	0,15	0,15	0,14
Citrato de sodio dihidratado	3,50	3,43	3,37
Combinación de acetato de sodio trihidratado/zeolita (mezcla 99:1 en peso)	21,15	20,74	20,34
Gránulos de tetraacetiletilendiamina (TAED), (83% de compuesto activo)	4,00	3,92	3,85
Percarbonato de sodio (recubierto)* ⁴	14,00	13,73	13,46
Gránulos de silicato de sodio (80% de compuesto activo)	3,00	2,94	2,88
Granulado de EDTMP (DEQUEST 2047)* ⁵	0,72	0,71	0,69
Granulado de EHDP (DEQUEST 2016)* ⁶	0,50	0,49	0,48
Savinase 12T	0,80	0,78	0,77
Lipolase 100T	0,10	0,10	0,10
Perfume	0,45	0,44	0,43
TOTAL	100% en peso	100% en peso	100% en peso

Se compactaron estas composiciones en una prensa de preparación de pastillas de laboratorio Graseby tal como se detalló anteriormente para los ejemplos comparativos C1 y C2 anteriores.

Se midió la velocidad de disgregación de las pastillas en condiciones estáticas tal como se describe bajo el título "Prueba de pastillas - disgregación". Los resultados de disgregación se facilitan en la tabla 10.

Tabla 10; resultados de disgregación de los ejemplos 20- 22.

Ejemplo	% de disgregación en 60 segundos a 20°C
20	51%
21	48%
22	31%

5

Se observa que la adición de niveles crecientes de polvo de PEG 1500 tiene un efecto negativo de manera creciente sobre las propiedades de disgregación de la pastilla en estas pastillas.

REIVINDICACIONES

1. Pastilla de composición detergente compactada, en partículas, que comprende tensioactivo no jabonoso y adyuvante de detergencia, en la que la pastilla o una región diferenciada de la misma comprende;
 - 5 a) desde el 1 hasta el 20% en peso basado en el peso total de la pastilla o región de la misma de gránulos disgregantes que comprenden un material inorgánico insoluble en agua y un agente hinchable en agua que, en su estado anhidro, no comprende más del 10% en peso del peso combinado del material inorgánico y el agente hinchable en agua, y
 - b) partículas solubles en agua, que promueven la disgregación, que contienen al menos el 40%, en peso de las partículas, de uno o más materiales seleccionados del grupo que consiste en;
 - 10 i) compuestos con solubilidad en agua que supera los 50 gramos por 100 gramos de agua a 20°C, y
 - ii) tripolifosfato de sodio que contiene al menos el 50% de su propio peso de la forma anhidra de fase I, y
 - iii) tripolifosfato de sodio que está parcialmente hidratado de modo que contenga agua de hidratación en una cantidad que es de al menos el 0,5% en peso del tripolifosfato de sodio en las partículas.
- 15 2. Pastilla según la reivindicación 1, en la que los compuestos con solubilidad en agua que supera los 50 gramos por 100 gramos de agua comprenden acetato de sodio, citrato de sodio dihidratado o urea.
3. Pastilla según la reivindicación 2, en la que los compuestos con solubilidad en agua que supera los 50 gramos por 100 gramos de agua comprenden acetato de sodio trihidratado.
4. Pastilla según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en la que las partículas solubles en agua, que promueven la disgregación, están presentes en una cantidad de desde de desde el 2% hasta el 25% en peso basado en el peso total de la composición.
- 20 5. Pastilla según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que se añade al menos una parte de las partículas solubles en agua, que promueven la disgregación, a una parte granulada previamente de la composición usada para producir la pastilla.
- 25 6. Pastilla de composición detergente compactada, en partículas, que comprende tensioactivo no jabonoso y adyuvante de detergencia, en la que la pastilla o una región diferenciada de la misma comprende;
 - a) desde el 1 hasta el 20% en peso basado en el peso total de la pastilla o región de la misma de gránulos disgregantes que comprenden un material inorgánico insoluble en agua y un agente hinchable en agua que, en su estado anhidro, no comprende más del 10% en peso del peso combinado del material inorgánico y el agente hinchable en agua, y
 - 30 b) del 10 al 60% en peso de un adyuvante de aluminosilicato, basado en el peso total de la pastilla o región diferenciada de la misma, y una o más enzimas de detergencia.
7. Pastilla según la reivindicación 6, en la que el adyuvante de aluminosilicato comprende zeolita A o zeolita P de contenido máximo en aluminio.
8. Pastilla según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que el material inorgánico insoluble en agua en el gránulo disgregante comprende un aluminosilicato o sílice.
- 35 9. Pastilla según la reivindicación 8, en la que el aluminosilicato comprende una zeolita.
10. Pastilla según la reivindicación 9, en la que la zeolita comprende zeolita P.
11. Pastilla según la reivindicación 10, en la que la zeolita comprende una zeolita P de contenido máximo en aluminio.
- 40 12. Pastilla según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que el agente hinchable en agua en el gránulo disgregante se selecciona del grupo que consiste en celulosa, celulosa reticulada, carboximetilcelulosa, carboximetilcelulosa sódica, carboximetilcelulosa sódica reticulada, almidón pregelatinizado, almidón reticulado y polivinilpirrolidona reticulada.
- 45 13. Pastilla según la reivindicación 12, en la que el agente hinchable en agua comprende una carboximetilcelulosa sódica reticulada.
14. Pastilla según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que el agente hinchable en agua comprende, en su estado anhidro, del 1 al 8% en peso del peso combinado del material inorgánico y el agente hinchable en agua del disgregante granular.

15. Pastilla según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que el material inorgánico insoluble en agua en el gránulo disgregante comprende una zeolita y los gránulos disgregantes tienen un tamaño medio de partícula en el intervalo de desde 700 hasta 1200 micrómetros.
- 5 16. Pastilla según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8 o 12 a 14, en la que el material inorgánico insoluble en agua en el gránulo disgregante comprende sílice y los gránulos disgregantes tienen un tamaño medio de partícula en el intervalo de 250 a 700 micrómetros.
17. Pastilla según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que el agente hinchable en agua en el gránulo disgregante está presente en una cantidad inferior al 2% en peso basado en el peso total de la pastilla o región de la misma.
- 10 18. Pastilla según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que el agente hinchable en agua tiene un tamaño de partícula principal promedio no superior a 200 μm .
- 15 19. Procedimiento para preparar una pastilla en partículas, compactada, según cualquiera de las reivindicaciones 1 ó 6, comprendiendo el procedimiento mezclar gránulos disgregantes con o bien partículas solubles en agua, que promueven la disgregación, o bien con material adyuvante de aluminosilicato y una o más enzimas de detergencia, y con otros constituyentes de la composición para producir una composición en partículas, poner una cantidad de la composición en partículas resultante dentro de un molde y compactar la composición dentro del molde para producir la pastilla.