

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 382 083**

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

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **04768855 .1**
- 96 Fecha de presentación: **11.10.2004**
- 97 Número de publicación de la solicitud: **1670891**
- 97 Fecha de publicación de la solicitud: **21.06.2006**

54 Título: **Cuerpo detergente**

30 Prioridad:
09.10.2003 GB 0323659

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
05.06.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
05.06.2012

73 Titular/es:
**RECKITT BENCKISER N.V.
SIRIUSDREEF 14
2132 WT HOOFDDORP, NL**

72 Inventor/es:
**PREUSCHEN, Judith y
WIEDEMANN, Ralf**

74 Agente/Representante:
Carpintero López, Mario

ES 2 382 083 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

Cuerpo detergente

La presente invención se refiere a un cuerpo detergente que contiene una alta proporción de materiales sólidos. El cuerpo se prepara mediante moldeo por inyección.

- 5 En aplicaciones relacionadas con agentes de lavado, detergentes y otros componentes de la formulación de detergentes, en los últimos años las pastillas se han establecido en el mercado como un formato que puede medirse fácilmente y es simple de usar.

10 Las pastillas normalmente comprenden una mezcla de componentes que son sólidos a temperatura ambiente y componentes que son líquidos a temperatura ambiente. Generalmente, los componentes sólidos se encuentran presentes en forma granular para procesarlos más fácilmente y debido a la velocidad de disolución/dispersión.

Las pastillas normalmente se preparan mezclando los componentes de la pastilla seguido por compactación a un cuerpo conformado. Estas pastillas comprimidas tienen varias desventajas.

- 15 En primer lugar, a pesar de que la presión de compactación utilizada es alta, las pastillas aún son friables. Esto lleva a la formación de polvo y, en algunos casos, a que la pastilla se rompa. Este problema no ha podido ser solucionado con éxito con la incorporación de aglutinantes dentro de la pastilla.

Además, debido a que normalmente los componentes de la pastilla son altamente higroscópicos, la pastilla absorbe humedad al exponerse al aire atmosférico. Al absorber humedad, la pastilla se deforma y finalmente pierde su integridad estructural. Para contrarrestar este efecto, se necesita un envase/envoltura resistente al agua para asegurar la estabilidad de la pastilla, requiriendo una etapa adicional en el procedimiento de fabricación.

- 20 Estas y otras desventajas son también relevantes para pastillas multifase y pastillas que contienen una o más formulaciones de componentes presentes normalmente en cuerpos/disposiciones con formaciones de insertos.

25 Las pastillas multifase también padecen de complejas técnicas de fabricación: ya sea un procedimiento de fabricación complejo de múltiples etapas, que consiste en la compresión de un número de capas (después de una posible preformación individual) y/o que requiere la inserción de un inserto dentro de la cavidad del cuerpo preformado.

- 30 En las estructuras estratificadas, se debe alcanzar un equilibrio entre una presión de compresión lo suficientemente alta para que las capas se unan entre sí de forma adecuada y una presión de compresión lo suficientemente baja para que el periodo de disolución/dispersión de la pastilla durante el lavado no se prolongue demasiado. Los resultados de este equilibrio generalmente no son satisfactorios, dando como resultado pastillas con poca estabilidad y efectos perjudiciales, tales como la separación de capas.

En las pastillas con insertos, existe el problema de la adición del inserto, el cual exige un procedimiento de fabricación altamente preciso y el problema de la separación de insertos, causado por una mala adhesión al cuerpo de la pastilla.

- 35 Los documentos US 2001/0011067 y US 2002/0010123 describen el moldeo por inyección de barras de detergente. El documento US 2003/0050216 describe las composiciones en forma de pastilla que comprenden dos formas de pastilla, una de las cuales se fabrica en un procedimiento en el que no se aplica presión.

Las pastillas de detergente también pueden prepararse utilizando técnicas de extrusión. En este procedimiento, los componentes de la pastilla se insertan en un dispositivo de intrusión y se extruyen.

Las pastillas producidas de este modo también padecen varias desventajas.

- 40 La mayoría de las desventajas surgen como resultado de las bases del procedimiento de extrusión: el extruido es típicamente tubular, el cual posteriormente se divide en partes en forma de pastilla, normalmente con una técnica de cortado. Se ha descubierto que cortar el extruido en pastillas individuales sin deformar la pastilla es muy difícil. Por lo tanto, las pastillas producidas no son rectilíneas sino distorsionadas, especialmente alrededor de los bordes cortados.

- 45 Además, debido a la forma en la que se produce el extruido, prácticamente no hay flexibilidad en la forma de la pastilla final (con la excepción de la forma del troquel de extrusión); las pastillas extruidas deben estar basadas en algún tipo de forma tubular. Este problema se exagera particularmente en las pastillas multifase.

50 Las pastillas multifase también cuentan con una desventaja adicional ya que se permite poca o ninguna flexibilidad en las proporciones relativas de las fases. Este problema se describe con más detalle en la Solicitud de Patente WO-A-01/02532. En el presente documento se describe una pastilla multifase (en este caso, de dos fases), en la que la inferior de dichas dos fases debe tener un grosor de al menos 5 mm para conservar la integridad de la pastilla.

Un objeto de la presente invención es mitigar/superar los problemas descritos más arriba.

De acuerdo con el primer aspecto de la invención, se proporciona un procedimiento para producir un cuerpo detergente multifase que contiene al menos un 50% en peso de un componente sólido, comprendiendo el procedimiento moldeado por inyección realizado al utilizar una máquina que comprende varias unidades de inyección y cada unidad de inyección procesa una composición diferente, comprendiendo el moldeo por inyección las siguientes etapas:

- a) Alimentar los materiales a cada cilindro de cada unidad de inyección de la máquina de moldeo por inyección.
- b) Hacer que la mezcla añadida avance a través de cada cilindro hacia la boquilla de inyección de cada unidad de inyección.
- 10 c) Inyectar la composición a un molde a una temperatura superior a la temperatura de plastificación del aglutinante.
- d) Dejar enfriar la composición en el molde.
- e) Abrir el molde y expulsar el cuerpo formado del mismo.

15 Sorprendentemente los inventores han descubierto que las composiciones con alto contenido de sólidos pueden procesarse con un procedimiento de moldeo por inyección para formar un cuerpo detergente. Esto es inesperado, ya que normalmente el moldeo por inyección solo se considera apropiado para composiciones principalmente comprendidas por materiales termoplásticos que se funden / se suavizan (como las ceras) durante el procedimiento de moldeo por inyección. Las composiciones que contienen sólidos no se procesan normalmente de esta manera debido al efecto perjudicial abrasivo del componente sólido. Esto es particularmente importante dentro del contexto de los detergentes debido a que muchos materiales detergentes, tales como los adyuvantes de la detergencia, por ejemplo, normalmente son sólidos a temperatura ambiente.

20 Además, se ha descubierto que los cuerpos cuentan con excelentes propiedades físicas, incluyendo superficies externas muy lisas/brillantes y friabilidad extremadamente baja. De hecho, se ha descubierto que la friabilidad es especialmente baja en los vértices del cuerpo detergente, solucionando entonces los problemas de formación de polvo/alta friabilidad exhibidos por las anteriores técnicas de composición de pastillas.

25 Generalmente, la formulación del cuerpo detergente comprende un aglutinante.

El aglutinante se encuentra presente preferentemente al 5-50% en peso, más preferentemente al 5-40% en peso y lo más preferentemente al 10-30% en peso (por ejemplo, tal como al 10-20% en peso) de la formulación del cuerpo detergente.

30 El aglutinante es más preferentemente un material termoplástico. Preferentemente, el aglutinante comprende un material sólido a 30 °C, más preferentemente a 35 °C. Se ha descubierto que dicho material muestra excelentes propiedades de formación de cuerpos y estabilidad de cuerpos. Más específicamente, se ha descubierto que el aglutinante tiene la capacidad de ayudar con el paso de la formulación del cuerpo detergente al cuerpo de moldeo por inyección y a mantener el cuerpo unido después del moldeo.

35 Además, se ha descubierto que el aglutinante reviste el componente sólido del cuerpo detergente. Esto es ventajoso ya que con los aglutinantes preferentes se reduce el problema anteriormente observado de la higroscopicidad de los componentes sólidos. Además, debido a que el aglutinante reviste los componentes sólidos, se reduce enormemente el problema de la interacción perjudicial de sólidos mutuamente incompatibles (tales como enzimas y blanqueadores).

40 Los ejemplos preferentes de aglutinantes incluyen ceras naturales y sintéticas sustituidas con polietilenglicol (PEG) y no sustituidas (en ambos casos solubles y no solubles en agua), azúcares y derivados de los mismos, gelatina (combinada con un azúcar y/o un disolvente (tal como un poliol líquido, por ejemplo, glicerina), tensioactivos no iónicos tales como ácidos grasos alcoxilados/alcoholes; oligómeros solubles en agua o dispersables en agua (tanto sustituidos como no sustituidos) tales como alcohol polivinílico (PVA), polivinil-pirrolidona (PVP), celulosa, ácidos policarboxílicos y copolímeros / derivados de los mismos.

45 Más preferentemente, el aglutinante es PEG. Los ejemplos preferentes de PEG tienen una masa molecular de 1500, 6000, 8000, 20000, 35000 u 8 millones.

El término sólido debe entenderse como una referencia a un material que es sólido a la temperatura de procesamiento (la temperatura que se alcanza durante el procedimiento de moldeo por inyección). El contenido de sólidos del cuerpo detergente es al menos un 50% en peso, preferentemente al menos un 65% en peso y más preferentemente al menos un 80% en peso.

50 Generalmente, el componente sólido comprende al menos un 50% en peso de adyuvantes de la detergencia.

El material adyuvante de la detergencia preferente es de tipo oligocarboxilato o policarboxilato, tales como compuestos seleccionados entre el grupo que consiste en citrato de sodio, poliacrilato de sodio (y sus copolímeros), gluconato de sodio y mezclas de los mismos. Más preferentemente, el adyuvante de la detergencia es una sal citrato de un metal alcalino (por ejemplo sodio/potasio).

- 5 Opcionalmente, el material adyuvante de la detergencia comprende al menos parcialmente un adyuvante de la detergencia basado en fósforo, tal como un tripolifosfato, por ejemplo, tripolifosfato de sodio y/o de potasio.

El componente sólido puede comprender otros componentes detergentes sólidos convencionales, tales como enzimas (por ejemplo proteasas, amilasas o lipasas), especialmente en formato cristalino/en partículas, blanqueadores (tales como compuestos de percarbonato o de perborato, compuestos blanqueadores de cloro y compuestos de perácidos), activadores de blanqueo (tales como TAED o catalizadores metálicos) y álcalis (tales como hidróxidos/carbonatos).

10 Generalmente, la formulación del cuerpo detergente comprende un lubricante. Se ha descubierto que dicho material muestra excelentes propiedades para la formación de cuerpos. Concretamente, el lubricante tiene la capacidad de facilitar el transporte de la formulación del cuerpo detergente hacia/dentro del molde del moldeo por inyección.

- 15 Esto tiene un efecto positivo en la energía requerida para los procedimientos necesarios del cuerpo detergente. Además, tiene el efecto de reducir el desgaste del molde de moldeo por inyección.

El lubricante preferentemente se encuentra presente del 0,1% en peso al 10% en peso, preferentemente del 0,2% en peso al 5% en peso. Se ha descubierto que en dichos pequeños porcentajes, se minimiza el efecto del lubricante en la forma final del cuerpo detergente.

20 Los ejemplos preferentes de lubricantes incluyen: ácidos grasos y derivados de los mismos, tales como sales de metales alcalinos y amonio de carboxilatos de ácidos grasos (por ejemplo, estearato de amonio, oleato de sodio, laureato de potasio), también PEG/glicerol funcionalizados con carboxilatos de ácidos grasos (por ejemplo, monooleato de PEG, ricinoleato de PEG, monoricinoleato de glicerol); glicéridos de sacarosa; aceites (aceite de oliva, aceite de silicona, aceite de parafina); y tensioactivos no iónicos con puntos de fusión bajos.

25 El cuerpo detergente puede tener un revestimiento. Cuando se encuentre presente, el revestimiento puede utilizarse para proporcionarle una capa de protección adicional al cuerpo detergente. Adicional/alternativamente, el revestimiento puede utilizarse para unir un segundo cuerpo detergente o un cuerpo detergente adicional al cuerpo detergente original.

30 Cuando se encuentre presente, el revestimiento comprende del 0,1% en peso al 5% en peso, preferentemente del 0,2% en peso al 2% en peso de la composición de detergente.

Más preferentemente, el revestimiento es dispersable/soluble en agua. Los ejemplos preferentes de materiales de revestimiento incluyen ácidos grasos, alcoholes, dioles, ésteres, éteres, ácidos mono y dicarboxílicos, acetatos de polivinilo, pirrolidonas de polivinilo, ácidos polilácticos, polietilenglicoles y mezclas de los mismos.

35 Los ácidos monocarboxílicos preferentes comprenden al menos 4, más preferentemente al menos 6, e incluso más preferentemente al menos 8 átomos de carbono, más preferentemente entre 8 y 13 átomos de carbono. Los ácidos dicarboxílicos preferentes incluyen ácido adípico, ácido subérico, ácido azelaico, ácido subácico, ácido undecanodioico, ácido dodecanodioico, tridecanodioico y mezclas de los mismos.

Los ácidos grasos preferentes son aquellos con longitudes de cadenas de carbono de entre C_{12} y C_{22} , más preferentemente entre C_{18} y C_{22} .

40 La capa de revestimiento también puede incluir un agente interruptor.

El cuerpo detergente también puede incluir otros componentes detergentes tales como inhibidores de corrosión, tensioactivos, fragancias, agentes antibacterianos, conservantes, pigmentos y colorantes.

45 El cuerpo detergente es de aplicación preferente dentro de un procedimiento de lavado automático en una lavadora automática. Más preferentemente, el cuerpo detergente es de aplicación preferente dentro de un procedimiento de lavado automático de platos.

Se ha descubierto que los cuerpos detergentes producidos con el procedimiento de producción de la invención tienen excelentes propiedades que resultan del componente de moldeo por inyección.

50 En primer lugar, se observó que los cuerpos producidos tenían una densidad alta. Esto es especialmente beneficioso cuando el cuerpo se utiliza en una lavadora automática (particularmente en un lavavajillas) ya que normalmente solo hay un espacio limitado para acomodar el cuerpo detergente. Entonces, al utilizar el procedimiento de la presente invención, se puede producir un cuerpo detergente pequeño y denso, en el que dicho cuerpo contiene el suficiente detergente activo para cumplir con los requisitos de lavado y sin embargo caber en el espacio proporcionado dentro de la lavadora.

- Además, debido a que el cuerpo se produce mediante un procedimiento de moldeo por inyección, hay mucha más flexibilidad con respecto a la forma del cuerpo producido. Esto puede resultar útil si el cuerpo debe acomodarse dentro de un espacio específico (véase el párrafo anterior). También resulta útil desde un punto de vista de libertad de diseño/estético; el cuerpo detergente ya no tiene que estar basado en un rango limitado de formas que pueden producirse por compresión o extrusión; puede producirse cualquier forma moldeada.
- Además, se observó que cuando los cuerpos se producen por un procedimiento de moldeo por inyección en el que los cuerpos comprenden un componente en forma de partículas, hay mucha más flexibilidad con respecto al tamaño de partícula del componente en forma de partículas. Esto está en contraste con los cuerpos en forma de partículas producidos en un procedimiento de compresión, en el que existe un límite superior con respecto al tamaño de partícula de aproximadamente 1500 μm para producir cuerpos coherentes: si el tamaño de partícula es mayor se compromete la integridad del cuerpo. Mientras que, de acuerdo con el procedimiento de la presente invención, se pueden producir cuerpos que comprenden un componente en forma de partículas con partículas mayores de 1500 μm .
- La utilización de tamaños de partícula mayores en los cuerpos proporciona varias ventajas al procedimiento de producción. En primer lugar, el uso de tamaños de partícula mayores permite el uso de una cantidad inferior de aglutinante, con obvias ventajas para el ahorro de costos. Además, se reduce enormemente el problema del revestimiento de las tuberías / recipientes de conducto, un problema conocido para partículas pequeñas (especialmente cuando se utilizan en pequeñas cantidades).
- También se ha observado que, de acuerdo con la presente invención, se puede utilizar un amplio intervalo de tamaños de partícula dentro del procedimiento. Lo anterior contrasta con los procedimientos de compresión convencionales, en los que se necesita una estrecha distribución de tamaños de partícula para evitar la segregación de ingredientes.
- Un tamaño de partícula preferente está entre 50 μm y 2000 μm con cualquier distribución de tamaño de partícula dentro de estos límites.
- Estas ventajas pueden conseguirse sin incurrir en ningún tipo de efecto perjudicial sobre las demás propiedades de la pastilla (tales como potencia, velocidad de disolución, etc.)
- El procedimiento puede incluir una o más de las etapas adicionales (f) y/o (g):
- f) El cuerpo se reviste con un material de revestimiento.
 - g) El cuerpo se envuelve (por ejemplo, con un envoltorio de aluminio, en una caja o en una bolsa). El material de envoltura puede utilizarse para proporcionar una barrera contra la humedad.
- En la etapa (a) los materiales constituyentes pueden mezclarse antes de agregarse a la cilindro.
- En la etapa (a), como alternativa, uno de los componentes lubricante y/o aglutinante pueden agregarse de forma parcial/total a la mezcla dentro de la cilindro de la unidad de inyección de la máquina mediante estaciones de alimentación adicionales.
- En la etapa (a), los materiales constituyentes (particularmente el aglutinante) se agregan a cada cilindro preferiblemente a una temperatura inferior a la de plastificación del sistema aglutinante para permitir una buena alimentación.
- Como alternativa, en la etapa (a), los materiales constituyentes, opcionalmente incluyendo al aglutinante, pueden calentarse por encima del punto de plastificación del aglutinante y luego agregarse a cada cilindro.
- En la etapa (c) la presión en la boquilla de la máquina de moldeo por inyección al inyectar es inferior a 100 MPa preferentemente, más preferentemente inferior a 50 bares y lo más preferentemente inferior a 30 bares. Se ha descubierto que, al utilizar estas presiones de inyección relativamente bajas (y consecuentemente bajas temperaturas de inyección) se conserva en gran medida la integridad (y por lo tanto la actividad) de cualquier enzima presente en la composición inyectada.
- En una realización alternativa, el procedimiento se lleva a cabo utilizando una unidad de inyección que comprende un cilindro equipado con un pistón para presionar la composición detergente dentro del molde. En este caso, la composición detergente debe calentarse por encima de su temperatura de plastificación y mezclarse vigorosamente antes de colocarse dentro de dicha unidad de inyección. A continuación, la composición detergente puede inyectarse al molde.
- Para fabricar un cuerpo detergente multifase, el procedimiento se lleva a cabo utilizando una máquina que comprende una pluralidad de unidades de inyección. Cada unidad de inyección es capaz de procesar una composición diferente.
- Por lo tanto, para fabricar un cuerpo detergente multifase, se puede configurar el molde de tal forma que una

5 pluralidad de unidades de inyección puedan tener acceso al mismo. Entonces, puede utilizarse una primera unidad de inyección para inyectar una primera composición dentro una primera porción del molde. Simultáneamente (o posteriormente) una segunda unidad de inyección puede utilizarse para inyectar una segunda composición dentro de una segunda porción del molde. El movimiento del molde relativo a una o más de las unidades de inyección puede ocurrir en una de las partes del procedimiento.

Como alternativa, el molde podría abrirse después de la inyección y el enfriado de la composición de la primera fase del cuerpo detergente. La contraparte del molde original que se desplazó para abrir el molde puede descartarse y reemplazarse con una segunda contraparte del molde. El molde puede entonces cerrarse con la segunda contraparte del molde dejando un espacio vacío en el que se inyecta la composición de la segunda fase.

10 Como una alternativa adicional, el molde puede disponerse de tal forma que comprenda un elemento movable que afecte el volumen dentro del molde. Más preferentemente, el elemento puede disponerse en al menos dos orientaciones: en la primera orientación, se define un primer volumen dentro del molde y en la segunda orientación, se define un segundo (preferiblemente mayor) volumen dentro del molde. Entonces se puede inyectar una primera composición dentro del molde con el elemento en la primera orientación. La primera composición inyectada puede entonces dejarse enfriar. El elemento pueden entonces moverse a su segunda orientación, dejando un espacio vacío en el que puede inyectarse la segunda composición.

20 Otra alternativa más es que el molde pueda abrirse después de la inyección y enfriar la composición de la primera fase del cuerpo detergente. La primera fase del cuerpo detergente puede expulsarse del molde e insertarse en un segundo molde que comprende un espacio vacío después del cierre. La composición de la segunda fase puede inyectarse en el espacio vacío.

Para todas las opciones anteriores, pueden repetirse las etapas descritas del procedimiento para la inyección de una tercera/posterior composición. También puede utilizarse una combinación de las diferentes alternativas.

25 Se ha observado que el procedimiento de acuerdo con la invención puede utilizarse para la producción de cuerpos detergentes multifase con excelentes propiedades. Estas propiedades incluyen una flexibilidad mucho mayor en la disposición relativa de las fases ya que dicha disposición de las fases ya no está regida por la gravedad y técnicas de alimentación controladas por gravedad, tales como las que se utilizaban en las pastillas multifase de la técnica anterior producidas por procedimientos de compresión convencionales.

Además, los tamaños relativos de las fases son mucho más flexibles: cualquier tamaño relativo de fases es posible, no se exige una proporción preestablecida tal como en el procesamiento por extrusión de la técnica anterior.

30 Además, como se utiliza un aglutinante diferente para cada fase, las propiedades de liberación/disolución/dispersión de cada fase pueden controlarse con facilidad. Se ha descubierto que dicho control es mucho más preciso porque no está influenciado por las presiones de compresión: se había encontrado que esto era un problema específico en el que se formaban dos fases de pastilla mediante un procedimiento de compresión en el que la segunda fase se comprimía encima de la primera fase que ya estaba comprimida. Esto conducía a variaciones en las presiones de compresión de las fases y variaciones en la velocidad de disolución y dispersión de las fases de la pastilla.

35 La invención se describe a continuación con referencia a los siguientes ejemplos no limitativos.

Ejemplos

Preparación de las formulaciones

Se prepararon varias formulaciones de acuerdo con la siguiente tabla.

40 En cada caso se produjeron pastillas de 20 g. Las pastillas eran de forma rectangular (26 mm x 36 mm x 14 mm) con una pequeña escotadura en una de las caras más grandes (conveniente para la inserción de un segundo componente de composición detergente).

Componentes %	Formulación								
	1	2	3	4	5	6	7	8	9
STTP	24	24	24	24	24	32	32	37,6	-
Citrato de sodio	48,25	48,25	48,25	48,25	53,25	17,6	17,6	-	49
Proteasa, motas	0,75	0,75	0,75	0,75	0,75	-	-	0,6	1,5
Amilasa, motas	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	-	-	0,4	0,5
Polímero sulfonado	5	5	5	5	5	-	-	-	5

(continuación)

Componentes %	Formulación								
	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Tensioactivo no iónico	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,2	1,2	1,2	1
PEG P _m = 20000 g/mol	20	20	15	15	10	-	-	-	-
Copolímero PVP-VA	-	-	5	5	5	-	-	-	2
Disilicato de sodio	-	-	-	-	-	2,8	2,8	2,8	1
Carbonato de sodio	-	-	-	-	-	23,2	23,2	23,2	8
Homopolímero PA	-	-	-	-	-	3,2	3,2	1,2	5
PEG P _m = 6000 g/mol	-	-	-	-	-	20	-	20	12
Ácido graso alcohol 25 EO	-	-	-	-	-	-	20	-	5
Percarbonato de sodio	-	-	-	-	-	-	-	9,6	-
TAED	-	-	-	-	-	-	-	3,2	-
Fosfonato de sodio	-	-	-	-	-	-	-	0,04	-
Inhibidor de corrosión de plata	-	-	-	-	-	-	-	0,2	-
Sal del ácido metil glicín diacético									10
Granulación	R	F	R	F	R	R	R	R	R
Temperatura de formulación (°C)	100	100	100	100	100	70	70	70	60
Presión de formulación (Bares)	50	50	50	50	60	25	25	25	50

Definición de granulación fina y gruesa

5 R = Granulación Gruesa: tamaño de partícula entre 200 y 1200 µm (el 70% de los gránulos se encuentran en el intervalo de 400 µm a 1000 µm).

F = Granulación Fina: tamaño de partícula entre 0-600 µm (el 70% de los gránulos se encuentran en el intervalo de 50 µm a 300 µm).

Medición de la disolución de la formulación

Cada formulación se ensayó para medir su tiempo de disolución.

10 Se utilizaron dos ensayos de disolución diferentes como se indica a continuación:

Ensayo N°1

Se llenó un lavavajillas Bauknecht Avanti GSF con 4 litros de agua y se calentó a 50 °C.

Se colocó el cuerpo moldeado por inyección al fondo del lavavajillas y se dejó disolver. Se utilizó un brazo rociador para distribuir el agua como en un ciclo de lavado normal.

15 La disolución se mide midiendo la conductividad del medio acuoso. Cuando el valor de conductividad se mantiene

constante y no aumenta más, se asume que el cuerpo moldeado por agua se ha disuelto por completo. Este punto se toma como el tiempo de disolución. La medición se repite tres veces y se calcula el valor promedio.

Este ensayo se llevó a cabo para las formulaciones 1 a 5 y los resultados aparecen en la Tabla 1.

Tabla 1

	Formulación				
	1	2	3	4	5
Tiempo de disolución (min)	22	23	42	40	50

5

Ensayo N°2

Se llenó un vaso de precipitados de 1 l con 800 ml de agua corriente. Se calentó el agua a 40 °C y se mantuvo a dicha temperatura con un calentador de bobina de inmersión que tenía un termómetro de contacto asociado.

10 Los cuerpos formados se movieron hacia arriba y hacia abajo dentro del agua con un equipo de ensayo convencional de disgregación farmacéutica (marca Erweka) con tamices con movimientos hacia arriba y hacia abajo. El punto de disolución completa se define como el punto en el que el cuerpo formado se disuelve/desintegra en la cesta en su totalidad.

Este ensayo se llevó a cabo para las formulaciones 6 a 8 y los resultados aparecen en la Tabla 2.

Tabla 2

	Formulación		
	6	7	8
Tiempo de disolución (min)	20	45	21

15

Sumario

General:

Se pueden moldear por inyección formulaciones en polvo con granulación fina y gruesa en forma de pastillas (véase particularmente la formulación 1 y la formulación 2).

20 Todos los cuerpos conformados tenían superficies muy lisas y un aspecto brillante. Todos los cuerpos mostraron bajos niveles de polvo y friabilidades muy bajas.

Los tiempos de disolución de estas formulaciones (especialmente las formulaciones 1, 2 y 6) son muy cortos y son similares a los perfiles de liberación de las actuales pastillas para lavavajillas disponibles en el mercado.

Granulometría:

25 La formulación 1 y la formulación 2 comparan el uso de diferentes tamaños de gránulo en el procedimiento.

30 Sorprendentemente, ambas granulometrías pueden utilizarse indistintamente y sin embargo producen pastillas con propiedades muy similares: se demostró que el cambio en granulometría no afectó a las características de disolución de las pastillas. Además, no hubo diferencias en la facilidad con la que se pudo procesar las pastillas: el procedimiento de moldeo por inyección no se vio afectado por un cambio en la granulometría de las partículas. Esto es sorprendente y contrasta con las pastillas en partículas comprimidas, donde la granulometría de las partículas tuvo un gran efecto sobre el tiempo de disolución de las pastillas.

Aglutinante:

Un contenido del 15% en peso de aglutinante es suficiente para una buena operación de procesamiento de moldeo por inyección. Se ha demostrado que la operación es posible con un amplio rango de aglutinantes diferentes.

35 Los inventores han demostrado que al modificar el sistema de aglutinantes se pueden alterar las diferentes velocidades de disolución. Esto puede utilizarse para fabricar productos multifase con disoluciones secuenciales.

5 Este efecto puede ilustrarse con referencia a las formulaciones 1 y 3. Estas formulaciones tienen casi la misma composición y se fabrican de la misma manera. La diferencia entre las formulaciones es que el aglutinante de la formulación 1 es PEG ($P_m = 20000$ presente al 20% en peso de la formulación) mientras que en la formulación 3 el aglutinante comprende un 15% en peso de PEG $P_m = 20000$ y un 5% de un copolímero de polipirrolidona-polivinilacetato (PVP-VA). Los tiempos de disolución de la formulación 3 son el doble que los de la formulación 1.

Se puede hacer una comparación similar entre las formulaciones 2 y 4 y las formulaciones 6 y 7.

Estabilidad de los ingredientes:

La formulación 8 se almacenó a 30 °C/70%HR y se revisó analíticamente a las 6 semanas.

10 Se encontró después de 6 semanas que la formulación 8 todavía tenía entre el 90 y el 100% del material inicial de TAED, BTA y percarbonato. Lo anterior es mayor a lo que normalmente se obtiene en los ensayos de almacenamiento para las pastillas correspondientes fabricadas por compresión.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Procedimiento para producir un cuerpo detergente multifase que contiene al menos un 50% en peso de un componente sólido, en el que el procedimiento comprende el moldeado por inyección realizado utilizando una máquina que comprende una pluralidad de unidades de inyección y cada unidad de inyección es capaz de procesar una composición diferente, comprendiendo el moldeado por inyección las siguientes etapas:
- a) Alimentar los materiales a cada cilindro de cada unidad de inyección de la máquina de moldeo por inyección.
 - b) Hacer que la mezcla añadida avance a través de cada cilindro hacia la boquilla de inyección de cada unidad de inyección.
 - 10 c) Inyectar la composición en un molde a una temperatura superior a la temperatura de plastificación del aglutinante.
 - d) Dejar enfriar la composición en el molde.
 - e) Abrir el molde y expulsar el cuerpo formado del mismo.
2. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el cuerpo se reviste con un material de revestimiento.
- 15 3. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 o 2 en el que el cuerpo se empaqueta con material de empaquetamiento.
4. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, 2 o 3, en el que los materiales componentes de cada composición diferente se mezclan antes de agregarse al cilindro de la unidad de inyección respectiva.
- 20 5. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, 2 o 3, en el que el componente aglutinante y/o lubricante se agrega(n) de forma parcial/total a la mezcla de cada composición individual dentro del cilindro de la unidad de inyección respectiva de la máquina mediante estaciones de alimentación adicionales.
6. Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que en la etapa (a) los materiales componentes se agregan a cada cilindro a una temperatura por debajo de la temperatura de plastificación del sistema aglutinante.
- 25 7. Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que en la etapa (a) los materiales componentes se agregan a cada cilindro a una temperatura por encima de la temperatura de plastificación del sistema aglutinante.
- 30 8. Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en el que en la etapa (c) la presión en la boquilla de la máquina de moldeo por inyección es inferior a 100 bares, más preferentemente inferior a 5 bares y aún más preferentemente inferior a 30 bares.
9. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 para la preparación de un cuerpo que tiene una capa exterior soluble en agua/dispersible en agua que engloba una formulación detergente al menos parcialmente.