

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 581 934**

51 Int. Cl.:

G01N 21/59 (2006.01)

G01N 21/51 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **10.12.2009** **E 09178737 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **13.04.2016** **EP 2336750**

54 Título: **Método para medir la capacidad de eliminación de suciedad de un producto limpiador**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
08.09.2016

73 Titular/es:

THE PROCTER & GAMBLE COMPANY (100.0%)
IP Department One Procter & Gamble Plaza
Cincinnati, OH 45202, US

72 Inventor/es:

LAPHAM, PAUL y
ROBLES, ERIC SAN JOSE

74 Agente/Representante:

DEL VALLE VALIENTE, Sonia

ES 2 581 934 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

Método para medir la capacidad de eliminación de suciedad de un producto limpiador

5 **Campo técnico**

La presente invención se refiere al campo de las mediciones analíticas. En particular, se refiere a un método para cuantificar la capacidad de dispersión de suciedad de un producto limpiador o uno de sus componentes.

10 **Antecedentes**

Los formuladores de detergentes están continuamente tratando de mejorar los productos limpiadores. Con el fin de evaluar las propiedades limpiadoras de un producto resulta deseable cuantificar su capacidad de eliminación de suciedad. Esto contribuye a minimizar la cantidad de ensayos necesarios durante los diseños de producto.

15 Un método según el preámbulo de la reivindicación 1 de la presente invención se divulga en Barker G. E. y Kern C. R.: "A comparison of two methods for testing detergents", The Journal of the American Oil Chemists' Society. El objetivo de la presente invención es proporcionar una técnica capaz de cuantificar la capacidad de eliminación de suciedad de un producto limpiador y uno de sus componentes. La presente invención también intenta proporcionar una técnica que se pueda usar para cuantificar la capacidad de eliminación de suciedad de un producto limpiador o uno de sus componentes en condiciones reales. Por ejemplo, para evaluar un detergente para el lavado de platos en las condiciones que se encuentra en un lavavajillas automático.

25 **Sumario de la invención**

Según un primer aspecto de la invención, se proporciona un método para cuantificar (es decir, medir cuantitativamente) la capacidad de dispersión de suciedad de un producto limpiador o uno de sus componentes. El método comprende las siguientes etapas:

- 30 a) preparar una solución que comprende el producto limpiador o uno de sus componentes;
- b) añadir la suciedad a la solución resultante de la etapa a) para formar una mezcla; y
- 35 c) medir la luz bloqueada por la mezcla, en donde la luz bloqueada por la mezcla se cuantifica a través de la medición del oscurecimiento usando un analizador de tamaño de partícula.

El método de la invención permite cuantificar la capacidad de dispersión de suciedad de un producto limpiador terminado (incluidos aseo personal, lavado de colada, detergente para lavado manual y automático, limpiadores para superficies duras, etc.) y también los componentes del producto limpiador tales como tensioactivos, polímeros, etc. El método es particularmente adecuado para medir la capacidad de dispersión de suciedad de los tensioactivos.

40 Preferentemente, la solución es una solución acuosa. Cuando se añade la suciedad a la solución del producto limpiador o uno de sus componentes, se forma una dispersión, la dispersión comprende un producto limpiador o un componente limpiador/suciedad en forma de partículas. Se mide la luz bloqueada por las partículas de la dispersión. Las mediciones se pueden llevar a cabo usando difracción láser. La luz bloqueada por la mezcla se cuantifica midiendo el oscurecimiento usando un analizador de tamaño de partícula basado en difracción láser.

50 Los productos limpiadores a evaluar según el método de la invención pueden comprender material insoluble en agua (es decir, insolubles). En realizaciones en las que éste es el caso, el método de la invención comprende la etapa de separar los insolubles, pudiéndose hacer esto por medio de cualquier medio conocido tal como filtración.

En realizaciones preferidas el método de la invención comprende la etapa de medir la luz bloqueada por una solución del producto limpiador o uno de sus componentes y restarla de la luz bloqueada por la mezcla de la solución del producto limpiador o uno de sus componentes y la suciedad. Esto quita el ruido de fondo debido al producto limpiador o uno de sus componentes.

60 El método de la invención se puede llevar a cabo en condiciones simuladas de vida real, siendo esto extremadamente relevante en los casos en los que la capacidad de dispersión de suciedad de los productos y sus componentes varía con diferentes condiciones de operación, tales como tiempo, temperatura, etc. Esto ha resultado particularmente útil en el caso en el que el producto se vaya a usar en un electrodoméstico tal como por ejemplo un lavavajillas automático. Lo que resulta importante no es el rendimiento del producto limpiador en un momento concreto del proceso de lavado de la vajilla sino el rendimiento del producto durante todo el proceso de lavado de la vajilla. De este modo, el método de la invención es extremadamente útil para el diseño de productos limpiadores para lavavajillas automáticos.

En realizaciones preferidas, la simulación del electrodoméstico tiene lugar en un recipiente con temperatura controlada, adaptado para simular las condiciones de trabajo del electrodoméstico. Se ha descubierto que un recipiente con camisa es el más adecuado para su uso en la presente memoria.

5 El método de la invención es particularmente adecuado para determinar la capacidad de dispersión de grasa de productos limpiadores o sus componentes. También resulta adecuado para cualquier suciedad que se disperse en lugar de disolverse en presencia del producto limpiador o su componente a medir. Especialmente, para suciedad en forma de partículas. "Partículas" para los fines de la invención incluye gotas y materiales en forma sólida cuyo tamaño de partícula cambia durante el proceso limpiador, tal como arcilla, etc.

10 Tal y como se indica en la presente memoria, el método se adapta muy bien para determinar la capacidad de dispersión de suciedad de tensioactivos, en particular para determinar la capacidad de dispersión de grasa.

Descripción detallada de la invención

15 La presente invención prevé un método para cuantificar la capacidad de dispersión de suciedad de un producto limpiador o uno de sus componentes. El método se puede llevar a cabo simulando las condiciones de la vida real y contribuye a una optimización más simple del diseño de los productos limpiadores.

20 Con el fin de ilustrar el método de la invención, a continuación se detallan la capacidad de dispersión de manteca de cerdo de un tensioactivo en condiciones de lavado automático de la vajilla y la capacidad de dispersión de manteca de cerdo de un detergente para lavavajillas usando oscurecimiento. El oscurecimiento se define como la cantidad de luz láser bloqueada y dispersada por las partículas comprendidas en una dispersión, es decir, la cantidad de luz que no se transmite a través de la dispersión. De esta forma, cuanto mayor sea el oscurecimiento mejor es la dispersión de la suciedad y, en particular, la capacidad de dispersión de grasa, del tensioactivo. Para someter el tensioactivo a condiciones similares a las que se encuentran en un lavavajillas, una solución que comprende el tensioactivo se somete a un perfil de temperatura que aumenta de 30 °C a 50 °C y finaliza a 20 °C. Los puntos significativos para comprender la capacidad de suspensión de la suciedad (en especial grasa) de un tensioactivo son 36 °C (cerca del punto de solidificación de la manteca de cerdo) y 20 °C, esta suele ser normalmente la temperatura más baja que se alcanza durante la descarga de la solución de lavado de la vajilla.

Medición del oscurecimiento

35 Se preparó una solución acuosa que comprende un tensioactivo. Se añadió manteca de cerdo a esta solución para formar una mezcla. La mezcla está en forma de una dispersión. El oscurecimiento resultante de esta dispersión se midió vs el tiempo y la temperatura. La solución de tensioactivo se preparó fabricando 625 ml de una solución que comprende 250 ppm de tensioactivo en agua desionizada, 574 ppm de carbonato sódico y 1896 ppm de tripolifosfato sódico (el carbonato y el fosfato se añaden para simular la fuerza iónica de una formulación típica de un detergente para lavavajillas).

40 En el caso de un producto lavavajillas, se preparó una solución que comprende el producto terminado (en lugar de solamente el tensioactivo). La solución resultante se filtró para eliminar el material insoluble.

45 Se prepara la manteca de cerdo por medio de mezcla de cantidades iguales de manteca de cerdo (manteca de cerdo no salada) suministrada por cuatro supermercados diferentes (por ejemplo, Asda, Tesco, Morrison y Sainsbury en Reino Unido). Preferentemente, la manteca de cerdo tiene una temperatura de solidificación dentro del intervalo de aproximadamente 36 °C a aproximadamente 45 °C. Se añade 0,1% en peso/peso de tinte Rojo de Sudan III a la mezcla. La manteca de cerdo se calienta suavemente y después se introdujo en un horno a 50 °C antes de añadir 0,75 g a la solución de tensioactivo.

50 El oscurecimiento se define como la medición de la turbidez con un ángulo de cero grados, que cuantifica la cantidad de luz láser bloqueada y dispersada por las partículas presentes en una dispersión, es decir, la cantidad de luz que no se transmite a través de la dispersión. Es una equivalencia de la absorbencia, en el caso de un espectrofotómetro, y es directa y linealmente proporcional a la concentración de la muestra.

55 El oscurecimiento de la dispersión de tensioactivo/manteca de cerdo se midió usando un instrumento de dimensionamiento de partículas mediante difracción de haz láser (Mastersizer 2000 de Malvern Instruments). El instrumento se conectó a un vaso de precipitados con camisa que contenía la dispersión a medir (tensioactivo/manteca de cerdo). La dispersión se hizo recircular entre el vaso de precipitados y la célula de muestreo del instrumento de dimensionamiento de partículas, en el que se mide el oscurecimiento.

60 El vaso de precipitados con camisa está conectado a un baño de agua termostático para controlar la temperatura de la suspensión. La temperatura inicial de la dispersión es de 30 °C. A continuación se aplica una rampa mediante la que la temperatura sube hasta 50 °C (esto suele tardar aproximadamente 16 minutos), a continuación, la dispersión se enfría hasta 20 °C (esto suele tardar aproximadamente 1 hora y 45 minutos). Las velocidades de calentamiento y de enfriamiento son sustancialmente lineales, preferiblemente lineales. Preferiblemente, la velocidad

65

de calentamiento es de aproximadamente 1,25 °C/min y la velocidad de enfriamiento es de aproximadamente 0,3 °C/min. Este ciclo de temperatura simula las condiciones de trabajo en el interior de un lavavajillas.

Protocolo detallado para medir el oscurecimiento

5 El equipo usado incluye: un instrumento de medición de tamaño de partícula por difracción láser Malvern Mastersizer 2000; un sistema de dispersión húmeda equipado con un propulsor (Malvern Hydro 2000MU) y un vaso de precipitados con camisa; una bañera de agua termostática (por ejemplo, Lauda Ecoline RE320) para alimentar la
10 camisa del vaso de precipitados con camisa y regular la temperatura real de la muestra por medio de un termopar Pt100 externo con bucle de retroalimentación PID; y un medio para complementar la tasa de enfriamiento del bañera de agua con el fin de lograr el objetivo de rampa de enfriamiento deseada (por ejemplo, un dispositivo de refrigeración con bobina de inmersión refrigerada Haake EK20, “envases fríos” congelados o similares).

Se usaron las siguientes etapas para medir el oscurecimiento de un sistema tensioactivo/manteca de cerdo:

- 15 1. Encender el Mastersizer 2000 y abrir el programa informático. Permitir un periodo de calentamiento de 30 minutos para estabilización del láser, antes de comenzar las mediciones.
- 20 2. Se transfirieron 625 ml de la solución de tensioactivo al vaso de precipitados con camisa.
3. Se introdujo la unidad propulsora en el centro del vaso de precipitados con camisa.
4. Se inicia la agitación a 1400 rpm.
- 25 5. Se hace circular la solución de tensioactivo por la celda de medición para equilibrar su temperatura con la solución de tensioactivo.
6. Se detuvo la agitación, y se conectó de nuevo a 1400 rpm (para facilitar la eliminación del posible aire contenido en el sistema).
- 30 7. La velocidad del agitador se aumentó a 2000 rpm.
8. Se insertó un termopar en el vaso de precipitados con camisa.
- 35 9. Se dejó que la muestra alcanzara el equilibrio a 30 °C.
10. Cuando se alcanzaron los 30 °C se inyectaron 0,75 g de la manteca de cerdo fundida en el centro del vaso de precipitados, y se inició la medición del oscurecimiento.
- 40 11. Inmediatamente después, se comenzó el calentamiento del bañera de agua de 30 °C a 50 °C (esto tarda aproximadamente 16 minutos).
12. Cuando se alcanzaron los 50 °C, el bañera de agua se ajustó inmediatamente para enfriar la muestra hasta 20 °C (esto tarda aproximadamente 1 hora y 45 minutos).

45 La Figura 1 muestra el oscurecimiento de 417 ppm de Brij 30 (2-dodeciloxi) etanol disponible en Aldrich) en presencia de 0,75 g de manteca de cerdo en presencia de 574 ppm de carbonato de sodio y 1896 ppm de tripolifosfato de sodio.

Se usa una curva de calibración para encontrar la relación entre oscurecimiento y nivel de manteca dispersada.

50 Para medir el oscurecimiento de un producto para lavavajillas, el método es como se ha descrito anteriormente, pero el tensioactivo se sustituye por un producto lavavajillas. Para preparar la solución, el producto se introduce en un vaso de precipitados con 5 litros de agua destilada a 50 °C, el producto se deja disolver durante un periodo de 60 minutos, se agita a 300 rpm sin calentamiento (dejando así que la solución se enfríe de 50 °C a aproximadamente 35 °C al final de
55 los 60 minutos). Transcurridos 60 minutos, la solución resultante se filtró a través de una bomba de vacío y un embudo Hartley para hacer pasar el licor a través de un filtro de microfibras de vidrio Whatman GF/C (grueso). El filtrado se recogió y se sometió al filtro de vacío por segunda vez, usando un filtro de microfibras de vidrio Whatman GF/F (fino).

60 Las magnitudes y los valores descritos en la presente memoria no deben entenderse como estrictamente limitados a los valores numéricos exactos mencionados. En su lugar, salvo que se indique lo contrario, se pretende que cada una de dichas magnitudes signifique tanto el valor enumerado como un intervalo funcionalmente equivalente en torno a ese valor. Por ejemplo, una magnitud descrita como “40 mm” significa “aproximadamente 40 mm”.

REIVINDICACIONES

- 5
1. Un método para cuantificar la capacidad de dispersión de suciedad de un producto limpiador o uno de sus componentes donde el método comprende las siguientes etapas:
- a) preparar una solución que comprende el producto limpiador o uno de sus componentes;
- b) añadir la suciedad a la solución de producto limpiador o uno de sus componentes para formar una mezcla; y
- 10
- c) medir la luz bloqueada por la mezcla; caracterizado por que
- la luz bloqueada por la mezcla se cuantifica midiendo el oscurecimiento usando un analizador de tamaño de partícula.
- 15
2. Un método según la reivindicación 1, que comprende la etapa adicional de separación de insolubles de la solución de la etapa a).
3. Un método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores que comprende la etapa de medir la luz bloqueada por la solución de la etapa a) y restarla de la luz bloqueada por la mezcla formada en la etapa b).
- 20
4. Un método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores en donde la luz bloqueada por la mezcla se mide en condiciones simuladas de electrodoméstico, preferentemente el electrodoméstico simulado es un lavavajillas automático.
- 25
5. Un método según la reivindicación 4, en donde las condiciones simuladas de electrodoméstico tienen lugar en un recipiente con temperatura controlada.
- 30
6. Un método según la reivindicación 5, en donde el recipiente de temperatura controlada es un recipiente con camisa.
7. Un método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores en donde la suciedad es grasa o cualquier suciedad en forma de partículas.
- 35
8. Un método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores en donde el componente de producto limpiador es un tensioactivo o sistema de tensioactivo.

MS2000 Perfil de oscurecimiento del Brij30: Rampa 30-50-20 °C, 0,75 g de manteca de cerdo

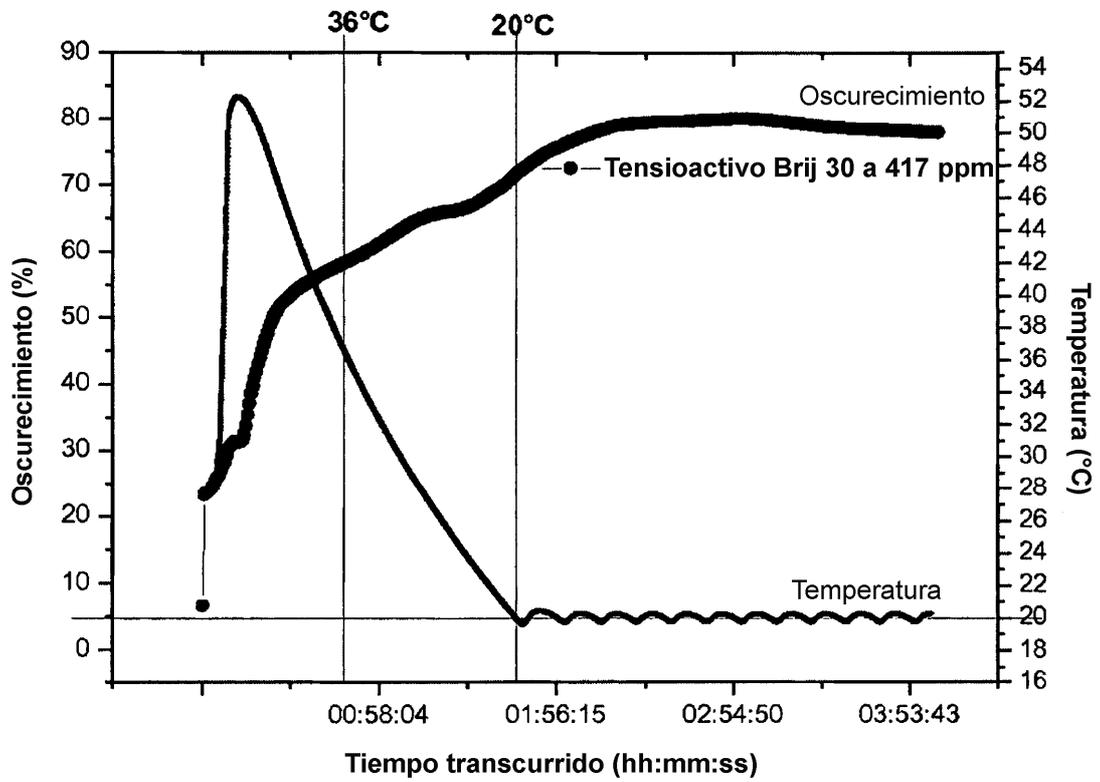


Fig. 1