

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 729 944**

51 Int. Cl.:

C11D 3/20 (2006.01)

C11D 3/37 (2006.01)

C11D 17/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **02.12.2016 PCT/FR2016/053192**

87 Fecha y número de publicación internacional: **08.06.2017 WO17093694**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **02.12.2016 E 16819597 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **20.03.2019 EP 3383989**

54 Título: **Pastilla detergente recubierta**

30 Prioridad:

04.12.2015 FR 1561859

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

07.11.2019

73 Titular/es:

**EUROTAB (100.0%)
ZAC des Peyrardes
42170 Saint Just Saint Rambert, FR**

72 Inventor/es:

**VENET, VALERIE;
BROSSE, JACQUES y
ARNAUD, SANDRINE**

74 Agente/Representante:

CURELL SUÑOL, S.L.P.

ES 2 729 944 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

Pastilla detergente recubierta.

5 Campo de la invención

La presente invención se refiere al campo de las pastillas detergentes, en particular las pastillas detergentes para lavavajillas.

10 Estado de la técnica

Los detergentes en forma de pastillas presentan numerosas ventajas con respecto a los otros detergentes, en forma líquida o en polvo, en particular en lo que se refiere a la dosificación, el almacenamiento o también el transporte.

15 Las pastillas detergentes se preparan, lo más frecuentemente, mezclando previamente diversos componentes preferentemente en forma de polvo o granulado, pero también en forma líquida. Esta premezcla se compacta después con la ayuda de una prensa para formar una pastilla. Industrialmente, se utilizan preferentemente unas prensas rotativas para permitir la formación de pastillas compactas a altas cadencias.

20 El campo de la detergencia impone unas obligaciones particulares para formar unas pastillas, ya que algunos componentes soportan mal la compresión, otros componentes pueden reaccionar entre sí antes de la utilización y disminuir así la eficacia de la pastilla en la utilización, y por ello se han desarrollado las pastillas multicapas. En efecto, unas pastillas multicapas de este tipo permiten al mismo tiempo separar los componentes susceptibles de reaccionar entre sí, y comprimir una sola vez los componentes sensibles a la compresión insertándolos en la última capa. Las pastillas multicapas pueden presentar unas desagregaciones ligeramente diferidas, entre las diferentes capas, la primera capa, que se ha comprimido varias veces, presenta así, generalmente, una desagregación más larga que las capas siguientes menos comprimidas.

30 Una de las problemáticas recurrentes en el campo de las pastillas detergentes es la resistencia de estas pastillas en el tiempo, en particular para que puedan ser manipuladas y transportadas sin que se desagreguen o se desintegren.

35 A este respecto, se ha propuesto recubrir las pastillas detergentes con un revestimiento o con una película, que se denomina también "coating" según el término anglosajón, para reforzar la resistencia de las pastillas. Se encuentran por ejemplo estas enseñanzas en una patente de la compañía Colgate Palmolive publicada en 1966 con la referencia US nº 3.231.505, en la que se propone revestir la pastilla detergente con una película de polímero orgánico sintético, por ejemplo, alcohol polivinílico (o PVA según el acrónimo inglés de "polyvinyl alcohol"), con el fin de aumentar la resistencia a la abrasión y a una ruptura accidental de la pastilla.

40 De manera parecida, la solicitud internacional de PROCTER & GAMBLE publicada en 2001 con la referencia WO 01/64829 se refiere al recubrimiento de pastillas detergentes con un revestimiento dispersable en agua compuesto por ejemplo por PVA, para permitir la producción de pastillas que tienen una solidez y una resistencia mecánica parecidas a las pastillas tradicionales, siendo al mismo tiempo menos compactas y que pueden, por lo tanto, disolverse más rápidamente.

50 Otra patente, a nombre de Dalli-Werke GmbH y Co. KG, publicada con la referencia EP 2 196 531, describe un revestimiento para pastillas detergentes, tales como las pastillas de lavavajillas, que permite aumentar la estabilidad y la resistencia mecánica de la pastilla, siendo dicho revestimiento soluble en agua y conteniendo por lo menos un copolímero injertado de alcohol polivinílico y de polietilenglicol.

En la patente US nº 5.916.866, se propone una pastilla detergente formada a partir de por lo menos un agente detergente activo y de un adyuvante de detergencia, y que está recubierta con un revestimiento formado a partir de un polímero orgánico soluble en agua, tal como un copolímero de acrilato y de maleato.

55 Los revestimientos propuestos en estos documentos para recubrir las pastillas detergentes están previstos para aumentar la estabilidad de dichas pastillas formando una capa que pasa mecánicamente a mantener la composición detergente compactada. Sin embargo, son complejos de realizar, pueden llegar a desnaturalizar la acción de la pastilla detergente o a reducir la eficacia y/o la desagregación de la pastilla detergente.

60 Un objetivo de la presente invención es proponer una pastilla detergente, en particular para aplicación en lavavajillas, que tiene una eficacia mejorada, una resistencia mecánica y una estabilidad que permite que la pastilla pueda ser fabricada y almacenada sin sufrir ninguna degradación.

65 Un objetivo de la presente invención es también proponer una pastilla detergente, en particular para aplicación en lavavajillas, que presenta una acción mejorada teniendo al mismo tiempo un procedimiento de fabricación sencillo

de realizar.

Exposición de la invención

- 5 Con este fin, se propone una pastilla detergente que comprende un cuerpo formado a partir de polvo compactado, estando dicho cuerpo recubierto con un revestimiento hidrosoluble, teniendo dicho revestimiento hidrosoluble una composición que comprende un agente filmógeno y agua, caracterizado por que la composición del revestimiento hidrosoluble comprende además por lo menos un agente específico para mejorar la eficacia de aclarado de la pastilla detergente.
- 10 Unos aspectos preferidos, pero no limitativos de esta pastilla detergente, considerados solos o en combinación, son los siguientes:
- 15 - el revestimiento hidrosoluble tiene un grosor comprendido entre 1 μm y 1000 μm , preferentemente comprendido entre 5 μm y 300 μm , y más preferentemente comprendido entre 15 μm y 150 μm .
 - el revestimiento hidrosoluble tiene una masa que representa entre el 0,5% y el 15% en masa con respecto al peso total de la pastilla detergente, preferentemente entre el 2% y el 5% en masa con respecto al peso total de la pastilla detergente.
 - 20 - el agente específico que permite mejorar la eficacia de aclarado es un agente anti-manchas y/o anti-formación de película
 - el por lo menos un agente específico está en una proporción comprendida entre el 0,05% y el 50% en masa con respecto al peso total de la composición del revestimiento hidrosoluble, preferentemente entre el 2% y el 20% en masa con respecto al peso total de la composición del revestimiento hidrosoluble.
 - 25 - el por lo menos un agente específico es un polímero.
 - el por lo menos un agente específico se selecciona de entre los copolímeros acrílico/estireno modificados hidrófobos, o sus combinaciones.
 - el por lo menos un agente específico se selecciona de entre los copolímeros de ácido acrílico y de monómero sulfonado, los copolímeros de ácido acrílico y de ácido sulfónico, los copolímeros de ácido acrílico y de ácido maleico, o sus combinaciones.
 - 35 - el por lo menos un agente específico se selecciona de entre los polímeros carboxilato, los polímeros carboxilato modificados hidrófobos, en particular las polimerasas HASE, y sus combinaciones.
 - 40 - el agente filmógeno está en una proporción comprendida entre el 5 y el 80% en masa con respecto al peso total de la composición del revestimiento hidrosoluble, preferentemente comprendida entre el 20% y el 60% en masa con respecto al peso total de la composición del revestimiento hidrosoluble, y más preferentemente comprendida entre el 30% y el 55% en masa con respecto al peso total de la composición del revestimiento hidrosoluble.
 - 45 - el agente filmógeno se selecciona de entre los alcoholes polivinílicos, preferentemente de entre los alcoholes polivinílicos que tienen una tasa de hidrólisis con un porcentaje molar superior o igual al 40%, preferentemente comprendido entre el 70% y el 98%, y más preferentemente comprendido entre el 80% y el 90%.
 - 50 - el agente filmógeno se selecciona de entre los alcoholes polivinílicos que tienen una masa molar en masa comprendida entre 10000 g/mol y 200000 g/mol, y preferentemente comprendida entre 15000 g/mol y 100000 g/mol.
 - 55 - la composición del revestimiento hidrosoluble comprende además un agente humectante.
 - el agente humectante está en una proporción inferior o igual al 25% en masa con respecto al peso total de la composición del revestimiento hidrosoluble, preferentemente en una proporción comprendida entre el 1% y el 20% en masa con respecto al peso total de la composición del revestimiento hidrosoluble, más preferentemente en una proporción comprendida entre el 2% y el 10% en masa con respecto al peso total de la composición del revestimiento hidrosoluble.
 - 60 - el agente humectante se selecciona de entre la glicerina, los polietilenglicoles, y sus combinaciones.
 - 65 - el agente humectante se selecciona de entre los polietilenglicoles que tienen una masa molar en masa comprendida entre 1000 g/mol y 4000 g/mol.

Descripción detallada de la invención

5 Se propone por lo tanto un producto detergente en forma de pastilla recubierta con un revestimiento, también denominado recubrimiento, formada por una solución hidrosoluble, que permite recubrir la superficie de la pastilla formando una película homogénea que se adhiere a la superficie de la pastilla. El producto detergente en forma de pastilla puede, por ejemplo, ser un detergente de lavavajillas.

10 La pastilla detergente propuesta comprende un cuerpo formado por ejemplo a partir de polvo compacto, estando dicho cuerpo recubierto con un revestimiento hidrosoluble. El revestimiento hidrosoluble utilizado tiene una composición que comprende un agente filmógeno y agua, y presenta la particularidad de comprender además por lo menos un agente específico para mejorar la eficacia de aclarado de la pastilla detergente. Como se verá más adelante, la composición del revestimiento hidrosoluble puede comprender también un agente humectante.

15 El agente específico utilizado para mejorar la eficacia de aclarado de la pastilla detergente se selecciona preferentemente de entre los compuestos que tienen una acción "anti-manchas" (que se podría también calificar de acción anti-marcas) y/o una acción "anti-formación de película" (que se podría también calificar de acción anti-película).

20 Por "spotting" se entiende cualquier marca sobre un elemento de vajilla, causada por el secado de las gotas de agua sobre la superficie del material que forma el elemento de vajilla, en particular el cristal. El calcio y el magnesio presentes en el agua pueden depositarse, por ejemplo, sobre la superficie del cristal y formar unas marcas en el secado en lavavajillas. Cuanto más significativa sea la dureza presente en el agua, más cantidad de iones de calcio y magnesio comprenderá.

25 "Por "filming" se entiende cualquier aparición de una película/depósito blanco sobre la totalidad o una gran parte de la superficie del material que forma el elemento de vajilla, en particular la opacificación del cristal. Los iones calcio y magnesio presentes en el agua pueden formar, por ejemplo, unos depósitos de cal más o menos uniformes en la superficie del cristal.

30 Como se verá más adelante en esta descripción, la utilización de un agente específico previsto para mejorar la eficacia de aclarado de la pastilla detergente, tal como un agente anti-manchas y/o anti-formación de película, en la composición que forma el revestimiento que recubre la pastilla detergente, permite obtener una estabilidad incrementada con respecto a las pastillas recubiertas existentes.

35 Prever este tipo de agente específico en la composición que forma el revestimiento que recubre la pastilla detergente también es particularmente ventajoso ya que permite utilizar en particular unos agentes que están generalmente en forma líquida y que se pueden utilizar por lo tanto difícilmente en las fórmulas detergentes en pastilla. En efecto, unos agentes específicos en forma líquida son generalmente difíciles de introducir en la mezcla pulverulenta destinada a ser compactada, y provocan además unos problemas de estabilidad de la pastilla compactada final, en particular a causa del agua presente en dichos agentes específicos en forma líquida que puede reaccionar con las otras materias primas de la fórmula detergente.

Producto detergente en forma de pastilla

45 El producto detergente utilizado está preferentemente en forma de una pastilla que presenta una cohesión suficiente para poder ser manipulado sin romperse y que se desintegre fácilmente en agua.

50 La pastilla no necesita tener una dureza elevada, estando su cohesión y resistencia mecánica reforzadas en particular por la utilización de un revestimiento que llega a recubrir la pastilla, es decir a adherirse a la superficie de la pastilla.

55 La pastilla presenta un cuerpo formado por compactación, por ejemplo, en particular a partir de una mezcla de materias primas en forma de polvo o de granulado, pero también en forma líquida.

60 Las pastillas detergentes están constituidas por una mezcla de componentes que comprenden unas acciones diferentes, pudiendo estos componentes ser, por ejemplo, seleccionados de entre unos tensioactivos, cargas, secuestrantes, agentes de blanqueamiento, enzimas, activadores de blanqueamiento, agentes alcalinos, polímeros, perfumes, colorantes.

La pastilla detergente puede estar constituida por una única capa o por un apilamiento de varias capas que son superpuestas las unas sobre las otras, formando así un bloque uniforme y compacto. Para una pastilla multicapa, las diferentes capas pueden tener una composición idéntica o diferente.

65 La pastilla tiene preferentemente una forma alargada con una sección que tiene una forma cualquiera, por ejemplo, circular, ovalada, octogonal, o paralelepípedica.

Cuando la sección de la pastilla es paralelepípedica, típicamente cuadrada o rectangular, las esquinas de la pastilla pueden ser curvas de manera que sean menos quebradizas.

5 Cada capa tiene preferentemente la misma sección, de manera que el apilamiento de capas forme una pastilla uniforme.

La pastilla detergente tiene preferentemente una masa comprendida entre 1 gramo y 100 gramos, y más preferentemente comprendida entre 5 gramos y 60 gramos.

10 La pastilla presenta preferentemente una resistencia mecánica comprendida entre 5 newtons y 300 Newtons, y más preferentemente entre 10 Newtons y 90 Newtons.

15 Para formar una pastilla multicapas, el proceso de fabricación utilizado consiste generalmente en formar progresivamente un complejo de varias capas y en compactar este complejo en cada nueva adición de capa de manera que la pastilla se solidifique. Las pastillas se fabrican por compresión directa con una prensa hidráulica o una prensa rotativa, en particular cuando se desea formar unas pastillas a una cadencia industrial.

20 La primera etapa consiste por lo tanto en mezclar los componentes destinados para formar las composiciones correspondientes a cada una de las capas. La mezcla que corresponde a la primera capa se introduce en la matriz y después se pre-compacta para formar la primera capa. La mezcla de la segunda capa se introduce después en la matriz sobre la primera capa y después se pre-compacta como para la primera capa, de la misma manera las otras capas de la pastilla se introducen en la matriz. El conjunto de las capas se compacta a continuación para obtener una pastilla resistente a los choques.

25 Las fuerzas de pre-compactación utilizadas están comprendidas preferentemente entre 0 kN y 100 kN (kilonewtons), y más preferentemente entre 0 kN y 50 kN. La fuerza de compresión utilizada para la compactación final está comprendida preferentemente entre 5 kN y 200 kN, y más preferentemente entre 10 kN u 100 kN.

30 Una pastilla detergente para lavavajillas comprende una combinación de uno o varios de los componentes descritos más en detalle a continuación, sin que sea limitativo.

Enzimas

35 Para permitir la degradación de la suciedad presente en la vajilla, la pastilla contiene preferentemente unas enzimas con el fin de formar un sistema enzimático. Estas enzimas se seleccionan, por ejemplo, de entre las proteasas, las amilasas, las lipasas y sus combinaciones.

40 Estas enzimas se presentan generalmente en forma de granulados que contienen una cierta cantidad de enzimas activas.

45 Las pastillas detergentes que se utilizan preferentemente tienen una composición global que integra unas enzimas cuya cantidad total de enzimas activas está comprendida entre el 0,003% y el 5% en masa, y preferentemente entre el 0,003% y el 2% en masa.

Se pueden utilizar las amilasas para descomponer las machas a base de almidón, tales como por ejemplo el producto distribuido por la compañía Genencor con la referencia "Powerase 16000HS".

50 Las pastillas pueden contener asimismo unas proteasas para actuar sobre las manchas proteínicas tales como la carne y los huevos. Se puede utilizar por ejemplo el producto referenciado "Excellase 2250D" distribuido por la compañía Genencor.

55 La pastilla puede también contener unas lipasas con el fin de mejorar la degradación de las manchas de grasa presentes en la vajilla.

Agente de blanqueamiento y activadores de agente de blanqueamiento

60 Para permitir la degradación de las manchas oxidables tales como el té, el café, el vino tinto, la pastilla contiene preferentemente un agente de blanqueamiento, es decir una sustancia capaz de oxidar directa o indirectamente los compuestos orgánicos descritos.

Los agentes de blanqueamiento podrán ser del tipo perborato de sodio mono o tetrahidratado, percarbonato de sodio, persilicato de sodio, y persulfato de sodio.

65 En medio alcalino, estos compuestos liberan peróxido de hidrógeno en contacto con el agua generando así una fuente de oxígeno activo.

La pastilla comprende preferentemente entre el 1% y el 50% en masa de agente de blanqueamiento, y más preferentemente entre el 5% y el 20% en masa.

5 Para permitir un blanqueamiento de la vajilla aún más eficaz, la pastilla contiene preferentemente un activador del agente de blanqueamiento del tipo tetraacetilendiamina (TAED), pentaacetilglucosa (PAG), tetraacetilglicoluril (TAGU) y benzoloxibenceno sulfonato de sodio.

10 Estos activadores reaccionan en el baño de lavado con el peróxido de hidrógeno, dando unos compuestos químicos cuyas prestaciones sobre la suciedad orgánica es superior, en particular por razones de afinidad química.

La pastilla comprende preferentemente entre el 0,5% y el 40% en masa de activador del agente de blanqueamiento, y más preferentemente entre el 1% y el 10% en masa.

15 De manera preferida, la pastilla comprende una relación entre agentes de blanqueamiento y activadores de agentes de blanqueamiento que corresponde a una relación molar de 6 por 1, más preferentemente una relación molar de 5 por 1.

20 La pastilla puede contener también unos catalizadores que permiten mejorar la eficacia de los agentes sobre las manchas oxidables. Se puede citar, por ejemplo, los catalizadores de manganeso tales como el producto referenciado "Peractive FDO X" comercializado por la compañía Weylchem.

Adyuvantes de detergencia/secuestrantes (o builders)

25 La eficacia del lavado aumentará si la pastilla comprende además unos adyuvantes de detergencia, que se denominan también "builders".

30 Los adyuvantes de detergencia atrapan los iones metálicos tal como el calcio y el magnesio presentes en la solución de lavado por complejación, intercambio de iones o precipitación.

Los adyuvantes de detergencia están presentes preferentemente nivel del 5% al 99% en masa, y preferentemente aún del 10% al 50% en masa.

35 Los adyuvantes de detergencia hidrosolubles no fosforados pueden ser orgánicos o inorgánicos.

Los compuestos inorgánicos que pueden estar presentes se seleccionan de entre las zeolitas, los filosilicatos, los carbonatos de metal alcalino (generalmente de sodio), y los silicatos de sodio, unas mezclas de carbonato de sodio y de silicatos de sodio como el producto referenciado "questlock" distribuido por la compañía Amcol.

40 Los compuestos orgánicos que pueden estar presentes se seleccionan de entre los polímeros de policarboxilato tales como los poliácridatos, los copolímeros acrílico/maleico y los fosfonatos acrílicos, los policarboxilatos monómeros tales como los citratos, los gluconatos, los oxidisuccinatos, los mono-, di- y tri-succinatos de glicerol, los carboximetiloxisuccinatos, los compuestos aminopolicarboxílicos tales como los carboximetiloximalonatos de ácido metilglicinadiacetato (MGDA), ácido diacético glutámico (GLDA), el iminodisuccinato (IDS), el disuccinato de etilendiamina (EDDS), los dipicolinatos, los nitrilotriacetatos y los acetatos de hidroxietiliminodi.

45 El citrato de sodio y el ácido metilglicinadiacetato (MGDA) son unos adyuvantes de detergencia particularmente preferidos para las pastillas de lavavajillas.

50 La clase de adyuvantes hidrosolubles fosforados comprende los ortofosfatos, los meta-fosfatos, los pirofosfatos y los polifosfatos de metal alcalino.

55 Unos ejemplos específicos de adyuvantes de detergencia fosforados inorgánicos comprenden los tripolifosfatos, los ortofosfatos y los hexametfosfatos de sodio y potasio.

El tripolifosfato de sodio es un adyuvante fosforado particularmente preferido para las pastillas de lavavajillas. Existe en forma hidratada, anhidra o parcialmente hidratada, y se pueden utilizar unas mezclas de estas formas para regular la velocidad de desintegración y la disolución de la pastilla.

60 Para permitir un lavado eficaz de la vajilla, el pH de la solución de lavado debe ser por lo menos de 9 y estar comprendido preferentemente entre 9,5 y 12,5. La mayoría de los adyuvantes de detergencia son alcalinos, de manera que no sea necesario añadir otros compuestos a la pastilla para ajustar el pH.

Tensioactivos

65 Para un lavado eficaz, la pastilla contiene preferentemente uno o varios tensioactivos no iónicos, por ejemplo, unos

tensioactivos no iónicos muy poco espumantes. Los tensioactivos son unas moléculas anfífilas, que están compuestas por una parte lipófila apolar y por una parte hidrófila polar.

5 Para las pastillas detergentes para lavavajillas, la cantidad de tensioactivo en la pastilla está comprendida preferentemente entre el 0,05% y el 20% en masa, y más preferentemente entre el 1% y el 5% en masa.

10 Los tensioactivos en forma sólida son más fáciles de utilizar en las pastillas que tienen también unas composiciones sólidas. Sin embargo, cuando el tensioactivo está en forma líquida, también puede ser introducido en la pastilla, en cuyo caso es adsorbido sobre unos soportes tales como el carbonato de sodio o la sílice.

15 Los tensioactivos no iónicos de síntesis también pueden ser definidos generalmente como unos compuestos procedentes de la condensación entre unos grupos de óxido de alquileo y unos compuestos orgánicos hidrófobos, que pueden ser alifáticos o aromáticos. La longitud de la parte hidrófila del tensioactivo puede ser ajustada fácilmente con el fin de obtener un compuesto soluble en agua que tiene el HLB deseado, traduciendo el HLB el grado de hidrofilia o de lipofilia del tensioactivo.

20 La lista no exhaustiva de los tensioactivos no iónicos que pueden ser utilizados en la pastilla agrupa los alcoholes grasos etoxilados y/o propoxilados, copolímeros de óxido de etileno y de óxido de propileno, y los alquilpoliglucósido, alcohol graso poliglicoléter modificado.

Es posible utilizar también unos tensioactivos aniónicos, para mejorar en particular el secado de la vajilla de las pastillas de lavavajillas. En este caso, la cantidad de tensioactivos aniónicos presentes en la pastilla está comprendida preferentemente entre el 0,05% y el 40% en masa, y preferentemente entre el 1% y el 20% en masa.

25 La lista no exhaustiva de tensioactivos aniónicos que pueden ser utilizados en las pastillas detergentes agrupa los alquilbencenosulfonatos, parafin- o alcanosulfonatos, alcohol sulfatos primarios, α -olefinsulfonatos, alquil éter sulfatos, sulfosuccinatos, acil isetonatos, metil éster sulfonatos, jabón, sulfoalquilamidas de ácidos grasos, diglicolamida sulfatos, N-acil aminoácidos, y alquil polioxietileno carboxilatos.

30 *Componentes complementarios*

Además de estos componentes de base de la pastilla detergente, ésta puede comprender unos componentes complementarios que se utilizarán según las especificidades deseadas de la pastilla detergente.

35 Se pueden citar, por ejemplo, unos aditivos de protección, como por ejemplo el benzotriazol y las sales de zinc. Estos aditivos forman un sistema de protección de la vajilla y del lavavajillas, contra los ataques químicos no deseados que proceden de uno y de otro de los componentes de la pastilla.

40 Unos agentes quelantes destinados a atrapar los iones metálicos también pueden estar presentes en la composición. Se denominan también agentes secuestrantes o complejantes de iones metálicos. Llegado el caso, es preferible que la cantidad de agentes quelantes sea del orden del 0,5% al 20% en masa, y preferentemente del 0,5% al 5% en masa. Los agentes quelantes preferidos comprenden los fosfonatos orgánicos, aminocarboxilatos, los compuestos sustituidos de manera polifuncional y sus mezclas. Se pueden utilizar también los homopolímeros de ácido acrílico o copolímeros de ácido acrílico y maleicos.

45 También se pueden utilizar unos agentes de estallido, que tienen como objetivo acelerar la desagregación de la capa en la que están incorporados. Los agentes de desintegración preferidos comprenden las carboximetilcelulosas, las carboximetilcelulosas reticuladas, la sodio croscarmelosa, la celulosa, la polivinilpirrolidona y sus mezclas.

50 Se pueden añadir también unos colorantes para diferenciar las capas unas con respecto a las otras. Estos colorantes tienen esencialmente por objetivo mejorar el aspecto estético de la pastilla de cara al consumidor.

55 Se puede añadir también perfume para ocultar los malos olores durante la apertura del lavavajillas.

Se puede añadir también unos aditivos de fabricación de pastillas tales como los aglutinantes que permiten aumentar la dureza de la pastilla y disminuir su friabilidad. Entre los aglutinantes que se pueden utilizar, se pueden citar en particular los polietilenglicoles.

60 Se pueden utilizar también unos lubricantes para facilitar la eyección de la pastilla a la salida de la prensa rotativa. Entre los lubricantes que se pueden utilizar, se pueden citar los estearatos de metal alcalino como el estearato de calcio y el estearato de magnesio.

65 Se podrían utilizar otros aditivos como, por ejemplo, unos agentes anti-espumantes.

Revestimiento hidrosoluble que recubre el cuerpo de la pastilla detergente

Una vez formado el cuerpo principal que constituye la pastilla detergente, se utiliza una solución particular para formar el revestimiento hidrosoluble, o recubrimiento, destinado a recubrir la superficie de la pastilla.

5 Como se verá más adelante en los ensayos comparativos, este revestimiento que recubre el cuerpo de la pastilla detergente tiene otras ventajas además de la de proteger el cuerpo contra los choques y contra la humedad presente en el aire ambiente. En efecto, permitirá, por ejemplo, mejorar la acción de la pastilla detergente, en particular en lo que se refiere al aclarado. Además, participará en la estabilidad global de la pastilla detergente ofreciendo al mismo tiempo una mejor desagregación y una baja friabilidad del cuerpo.

Como se ha indicado anteriormente, la solución utilizada para formar el revestimiento hidrosoluble contiene un agente filmógeno, agua y un agente específico destinado a mejorar la eficacia de aclarado de la pastilla detergente.

15 Como agente filmógeno, la solución puede comprender, por ejemplo, alcohol polivinílico (PVA).

Los PVA que se pueden utilizar tienen preferentemente una tasa de hidrólisis superior o igual al 40% (% molar), comprendida preferentemente entre el 70% y el 98% (% molares), y más preferentemente una tasa de hidrólisis comprendida entre el 80% y el 90%.

20 Los PVA utilizados tienen preferentemente una masa molar en masa (Mw) comprendida entre 10.000 g/mol y 200.000 g/mol, y más preferentemente entre 15.000 g/mol y 100.000 g/mol. La masa molar en masa del PVA tiene un gran impacto en la viscosidad final de la solución de recubrimiento.

25 Se podrán utilizar por ejemplo los PVA comercializados bajo la referencia "Mowiol" por la compañía Clariant, así como más particularmente los productos referenciados "Mowiol 4-88" o "Mowiol 8-88".

30 La solución de recubrimiento puede contener PVA en una proporción comprendida entre el 5% y el 80% en masa con respecto al peso total de la solución de recubrimiento, preferentemente entre el 20% y el 60% en masa con respecto al peso total de la solución de recubrimiento, y más preferentemente entre el 30% y el 55% en masa con respecto al peso total de la solución de recubrimiento.

35 Se puede utilizar además un agente humectante en la solución para formar el revestimiento hidrosoluble. Los agentes humectantes permiten evitar en particular que el agua migre en la pastilla.

Un agente humectante de este tipo se selecciona, por ejemplo, de entre la glicerina, los polietilenglicoles, y sus combinaciones.

40 Entre los polietilenglicoles que se pueden utilizar, se seleccionarán de manera preferida aquellos cuya masa molar en masa está comprendida entre 1000 g/mol y 4000 g/mol.

45 La solución de recubrimiento puede contener unos agentes humectantes en una proporción inferior o igual al 25% en masa con respecto al peso total de la solución de recubrimiento, preferentemente en una proporción comprendida entre el 1% y el 20% en masa con respecto al peso total de la solución de recubrimiento, y más preferentemente una proporción comprendida entre el 2% y el 10% en masa con respecto al peso total de la solución de recubrimiento.

50 El agente específico que permite mejorar la eficacia de aclarado es preferentemente un agente anti-manchas y/o anti-formación de película.

Los agentes anti-manchas permiten suprimir o limitar la aparición de manchas, es decir de marcas, en particular evitando la nucleación de las gotas de agua sobre la superficie del cristal o de la vajilla.

55 Los agentes anti-formación de película permiten limitar o suprimir la aparición de formación de película, es decir la aparición de una película o depósito blanco.

60 La solución de recubrimiento contiene preferentemente unos agentes específicos en una proporción comprendida entre el 0,05% y el 50% en masa con respecto al peso total de la solución de recubrimiento, y más preferentemente entre el 2% y el 20% en masa con respecto al peso total de la solución de recubrimiento.

Preferentemente, los agentes específicos que permiten mejorar la eficacia de aclarado son unos polímeros específicos, preferentemente unos polímeros que tienen una acción anti-manchas y/o anti-formación de película.

65 Como agente anti-manchas, se puede seleccionar por ejemplo un compuesto de entre los polímeros carboxilato, los polímeros carboxilato modificados hidrófobos, en particular los polímeros HASE, y sus combinaciones. Se pueden utilizar, por ejemplo, unos productos comercializados por la compañía Dow Chemical bajo las referencias

“acusol 820”, “acusol 460” o “acusol 460ND”.

Como agente anti-manchas, se puede seleccionar también un compuesto de entre los copolímeros acrílico/estireno modificados hidrófobos. Se puede utilizar, por ejemplo, uno de los productos comercializados por la compañía AkzoNobel bajo las referencias “alcospense 725”, “alcospense 747” o “alcospense 747D”.

Como agente anti-formación de película, se puede seleccionar por ejemplo un compuesto de entre los copolímeros de ácido acrílico y de monómero sulfonado. Se puede utilizar, por ejemplo, uno de los productos comercializados por la compañía AkzoNobel bajo las referencias “alcospense 240”, “alcospense 240D”, “alcoeguard 4100D”, “alcoeguard 4160” o “alcoeguard 4160”.

Como agente anti-formación de película, se puede seleccionar asimismo un compuesto de entre los copolímeros de ácido acrílico y de ácido sulfónico. Se puede utilizar, por ejemplo, el producto comercializado por la compañía Dow Chemical bajo la referencia “acusol 588G”.

Como agente anti-formación de película, se pueden seleccionar también un compuesto de entre los copolímeros de ácido acrílico y de ácido maleico. Se puede utilizar, por ejemplo, el producto referenciado “acusol 497NG” comercializado por la compañía Dow Chemical, el producto referenciado “alcospense175ND” comercializado por la compañía AkzoNobel, o el producto referenciado “Sokalan CP42” comercializado por la compañía BASF.

La solución de recubrimiento puede contener también un amargante tal como el benzoato de denatonio y/o perfume.

El resto de la solución es agua.

Los diferentes compuestos se mezclan a temperatura ambiente con el fin de formar la solución destinada a formar el revestimiento de la pastilla detergente.

La mezcla obtenida se pulveriza, por ejemplo, sobre la superficie del cuerpo que forma la pastilla detergente, preferentemente a temperatura ambiente con la ayuda de un sistema de boquilla.

El grosor del revestimiento depositado en la superficie de la pastilla detergente está comprendido, por ejemplo, entre 0,05 µm y 1000 µm, preferentemente entre 5 µm y 300 µm, y más preferentemente entre 15 µm y 150 µm.

El revestimiento hidrosoluble depositado sobre la pastilla representa preferentemente entre el 0,5% y el 15% de masa total de la pastilla detergente, y más preferentemente entre el 2% y el 5% de la masa de la pastilla.

Ensayos comparativos

Ensayo 1: Pulverización de la solución de recubrimiento sobre una pastilla

El objetivo de este ensayo es comparar el tiempo de desagregación y la friabilidad de una pastilla recubierta, es decir recubierta con un revestimiento hidrosoluble, y de una pastilla no recubierta, es decir sin recubrimiento.

Los compuestos utilizados en la fórmula de cada pastilla se reparten en tres capas. Estos compuestos se indican en la tabla 1 siguiente.

Las diferentes capas de la pastilla se comprimen en una prensa hidráulica de manera que formen una pastilla que tenga una masa global de 16 g. Las fuerzas de pre-compresión y de compresión utilizadas se indican en la tabla 3 siguiente.

Las fórmulas realizadas se recogen en la tabla 1 siguiente.

Tabla 1

Materia prima	Pastilla n°1 Pastilla no recubierta (% en masa)	Pastilla n°2 Pastilla recubierta (% en masa)
Carbonato de sodio	18,98	18,96
Cloruro de sodio	18,46	22,87
Citrato de sodio	17,32	17,32
Colorante azul	0,01	0,00
Colorante amarillo	0,01	0,00
Glucopon 50G (Tensioactivo no iónico comercializado por la compañía BASF)	1,34	1,34
Hedfosfonato de sodio	0,49	0,49

Materia prima	Pastilla n°1 Pastilla no recubierta (% en masa)	Pastilla n°2 Pastilla recubierta (% en masa)
Homopolímero acrílico	0,86	0,85
Proteasa	1,21	1,21
Arbocel TF0210 (comercializado por la compañía JRS Rettenmeier)	0,61	0,00
Percarbonato de sodio	13,03	13,03
PEG 1500 (polietilenglicol)	4,76	1,00
Silicato de sodio	4,92	4,92
Sulfato de sodio	13,52	13,52
TAED	3,19	3,19
Glicerina	0,78	0,78
Amilasa	0,20	0,20
Dehypon GRA (Tensioactivo no iónico comercializado por la compañía BASF)	0,33	0,33
TOTAL	100,00	100,00

Como se desprende de la tabla 1, la pastilla recubierta (pastilla n° 2) es idéntica a la pastilla no recubierta (pastilla n° 1), salvo por los ingredientes siguientes:

- 5
- PEG 1500 que es un aditivo de formación de pastillas (aglutinante): el 1% frente al 4,76%
 - Arbocel TF0210 que es un agente desintegrante: el 0% frente al 0,61%

Para la pastilla recubierta, la composición de la solución para formar el revestimiento hidrosoluble está recapitulada en la tabla 2 siguiente. Se deposita un revestimiento uniforme de una masa total de 0,4 g sobre la superficie de la pastilla de manera que se forme un recubrimiento.

Tabla 2

Materia prima	Solución de recubrimiento (% en masa)
Alcohol polivinílico	45.84
Agua	47.91
Glicerina	0
Acusol 460 ND	6.25

15 Una vez formados los dos tipos de pastillas, se han realizado varios ensayos comparativos, para medir en particular la dureza, la desagregación, y la friabilidad de las pastillas.

La dureza de las pastillas se midió en un durómetro de tipo MTS.

20 El tiempo de desagregación de las pastillas obtenidas se midió en un equipo que realiza unos vaivenes con una frecuencia de 60 golpes/minuto. Las pastillas se colocan en una cesta provista de múltiples orificios para dejar pasar el agua. Las cestas se sumergen después en unos matraces de 1.8 l de agua a 30°C. El tiempo de desagregación se anota una vez que la pastilla se ha desintegrado completamente y que ya no existen residuos de pastilla en la cesta.

25 La friabilidad de las pastillas se mide en el dispositivo de ensayo de friabilidad que lleva la referencia "FT2" y comercializado por la compañía SOTAX, con los parámetros de rotación siguientes:

- 30
- número de revoluciones: 50
 - velocidad: 25 rpm

Los resultados de los ensayos comparativos están recapitulados en la tabla 3 siguiente.

Tabla 3

	Fuerza de pre-compresión (kN)	Fuerza de compresión (kN)	Dureza de la pastilla (N)	Tiempo de desagregación (min)	% de friabilidad
Pastilla n°1 (no recubierta)	20	60	90	7	12
Pastilla n°2 (recubierta)	10	40	32	3	0.2

Se constata con los resultados de los ensayos comparativos recapitulados en la tabla 3 que la utilización del

revestimiento hidrosoluble permite:

- reducir la cantidad de aditivo de formación de pastilla (aglutinante, agente desintegrante) en la fórmula;
- reducir las fuerzas de pre-compresión y de compresión sobre las prensas;
- disminuir el tiempo de desagregación de las pastillas;
- obteniendo al mismo tiempo unas pastillas menos friables, es decir más estables en el tiempo, en particular en condiciones de almacenamiento.

Ensayo 2: Utilización de un agente anti-manchas en la solución de recubrimiento para mejorar la eficacia de aclarado de una pastilla de lavavajillas

El objetivo de este ensayo es evaluar la influencia de la utilización de un recubrimiento que integra un agente anti-manchas en la eficacia de aclarado de las pastillas.

Unas mediciones comparativas se realizaron sobre las pastillas de lavavajillas siguientes:

- una pastilla de lavavajillas no recubierta con el agente anti-manchas en la capa central (pastilla nº 3);
- una pastilla de lavavajillas recubierta con el agente anti-manchas en la capa central, en la que la solución de recubrimiento no contiene agente anti-manchas. La solución de recubrimiento está compuesta por alcohol polivinílico y por agua (pastilla nº 4);
- una pastilla de lavavajillas recubierta con el agente anti-manchas en la capa central, en la que la solución de recubrimiento no contiene el agente anti-manchas. La solución de recubrimiento está compuesta por alcohol polivinílico, de agua, y por un agente humectante (pastilla nº 5);
- una pastilla de lavavajillas recubierta con una solución de recubrimiento que contiene el agente anti-manchas, en la que la formulación de la pastilla no contiene el agente anti-manchas. La solución de recubrimiento está compuesta por alcohol polivinílico, por agua, y por el agente anti-manchas (pastilla nº 6);
- una pastilla de lavavajillas recubierta con una solución de recubrimiento que contiene el agente anti-manchas, en la que la formulación de la pastilla no contiene el agente anti-manchas. La solución de recubrimiento está compuesta por alcohol polivinílico, por agua, por un agente humectante y por el agente anti-manchas (pastilla nº 7);

El agente anti-manchas utilizado para este ensayo comparativo es el producto referenciado "acusol 460ND" comercializado por la compañía Dow Chemical.

Los compuestos utilizados en la fórmula de cada pastilla están repartidos en tres capas. Los compuestos de las diferentes capas se indican en las tablas 4a, 4b y 4c siguientes.

Las diferentes capas de la pastilla se comprimen en una prensa hidráulica, de manera que se forme una pastilla que tenga una masa global de 16 g. Las fuerzas de pre-compresión y de compresión utilizadas se indican en la tabla 6 siguiente.

Tabla 4a

Ingredientes CAPA 1	Pastilla nº3 (% en masa de la capa)	Pastilla nº4 (% en masa de la capa)	Pastilla nº5 (% en masa de la capa)	Pastilla nº6 (% en masa de la capa)	Pastilla nº7 (% en masa de la capa)
CARBONATO DE SODIO	11,80	11,80	11,80	11,80	11,80
CITRATO TRISÓDICO 2(H ₂ O)	40,45	40,45	40,45	40,45	40,45
PERCARBONATO DE SODIO	23,27	23,27	23,27	23,27	23,27
CLORURO DE SODIO	14,56	14,56	14,56	14,56	14,56
LUTENSOL AT50 (Tensioactivo no iónico comercializado por la compañía BASF)	2,98	2,98	2,98	2,98	2,98

ES 2 729 944 T3

Ingredientes CAPA 1	Pastilla n°3 (% en masa de la capa)	Pastilla n°4 (% en masa de la capa)	Pastilla n°5 (% en masa de la capa)	Pastilla n°6 (% en masa de la capa)	Pastilla n°7 (% en masa de la capa)
ARBOCEL TF 0210	0,86	0,86	0,86	0,86	0,86
PEG 1500	5,00	5,00	5,00	5,00	5,00
HEDFOSFONATO DE SODIO	0,88	0,88	0,88	0,88	0,88
GLICERINA	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20
TOTAL CAPA 1	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00

Tabla 4b

Ingredientes CAPA 2	Pastilla n°3 (% en masa de la capa)	Pastilla n°4 (% en masa de la capa)	Pastilla n°5 (% en masa de la capa)	Pastilla n°6 (% en masa de la capa)	Pastilla n°7 (% en masa de la capa)
CARBONATO DE SODIO	11,77	11,77	11,77	11,77	11,77
CITRATO TRISÓDICO 2(H ₂ O)	40,45	40,45	40,45	40,45	40,45
PERCARBONATO DE SODIO	23,27	23,27	23,27	23,27	23,27
CLORURO DE SODIO	13,98	13,98	13,98	14,56	14,56
LUTENSOL AT50 (Tensioactivo no iónico comercializado por la compañía BASF)	2,98	2,98	2,98	2,98	2,98
ARBOCEL TF 0210	0,86	0,86	0,86	0,86	0,86
PEG 1500	5,00	5,00	5,00	5,00	5,00
HEDFOSFONATO DE SODIO	0,88	0,88	0,88	0,88	0,88
ACUSOL 460ND	0,58	0,58	0,58	0	0
COLORANTE TARTRAZINA E102 MD LA	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03
GLICERINA	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20
TOTAL CAPA 2	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00

Tabla 4c

Ingredientes CAPA 3	Pastilla n°3 (% en masa de la capa)	Pastilla n°4 (% en masa de la capa)	Pastilla n°5 (% en masa de la capa)	Pastilla n°6 (% en masa de la capa)	Pastilla n°7 (% en masa de la capa)
CARBONATO DE SODIO	13,10	13,10	13,10	13,10	13,10
SILICATO DE SODIO	8,80	8,80	8,80	8,80	8,80
CITRATO TRISÓDICO 2(H ₂ O)	27,80	27,80	27,80	27,80	27,80
Perfume limón	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06
LUTENSOL AT50 (Tensioactivo no iónico comercializado por la compañía BASF)	2,98	2,98	2,98	2,98	2,98
CLORURO DE SODIO	29,85	29,85	29,85	29,85	29,85
ARBOCEL TF 0210	0,86	0,86	0,86	0,86	0,86
TAED	4,00	4,00	4,00	4,00	4,00
CATALIZADOR	0,76	0,76	0,76	0,76	0,76
PROTEASA	4,65	4,65	4,65	4,65	4,65
AMILASA	0,78	0,78	0,78	0,78	0,78
PEG 1500	6,13	6,13	6,13	6,13	6,13
COLORANTE AZUL E133 LAKE	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03
GLICERINA	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20
TOTAL CAPA 3	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00

ES 2 729 944 T3

Para las pastillas nº 4, nº 5, nº 6 y nº 7, se pulveriza una solución de recubrimiento en la superficie de las pastillas así formadas con el fin de recubrir la pastilla con un revestimiento hidrosoluble.

5 La tabla 5 siguiente precisa la composición de la solución de recubrimiento utilizada para estas pastillas nº 4, nº 5, nº 6 y nº 7.

Tabla 5

Ingredientes de la solución de recubrimiento	Pastilla nº4 (% en masa)	Pastilla nº5 (% en masa)	Pastilla nº6 (% en masa)	Pastilla nº7 (% en masa)
Alcohol polivinílico	47,90	47,90	45,84	45,84
Agua	52,10	50,10	47,91	46,91
Glicerina	0	2,00	0	1,00
Acusol 460 ND	0	0	6,25	6,25
TOTAL	100,00	100,00	100,00	100,00

10 Para las pastillas nº 4 y nº 5, se deposita un revestimiento uniforme de 0,4 g de solución de recubrimiento sobre la superficie de la pastilla con el fin de formar un recubrimiento uniforme.

Para las pastillas nº 6 y nº 7, se deposita un revestimiento uniforme de 0,465 g de solución de recubrimiento sobre la superficie de la pastilla con el fin de formar un recubrimiento uniforme.

15 Cada una de las pastillas nº 3, nº 4, nº 5, nº 6 y nº 7 así fabricadas comprenden la misma cantidad de agente anti-manchas, a saber 0,029 g de producto "Acusol 460 ND".

20 La tabla 6 siguiente recapitula los parámetros de fabricación de las diferentes pastillas, y da las mediciones de dureza y desagregación de cada una de las pastillas, entendiéndose que estos parámetros se midieron de la misma manera que para el ensayo 1.

Tabla 6

	Pastilla nº3	Pastilla nº4	Pastilla nº5	Pastilla nº6	Pastilla nº7
Masa capa 1 (g)	6	6	6	6	6
Masa capa 2 (g)	5	5	5	5	5
Masa capa 3 (g)	5	5	5	5	5
Fuerza de pre-compresión aplicada sobre la capa 1 (kN)	20	30	30	30	30
Fuerza de pre-compresión aplicada sobre la capa 2 (kN)	20	20	20	20	20
Fuerza de compresión aplicada sobre la capa 3 (kN)	60	30	30	30	30
Dureza de la pastilla (N)	135	52	51	48	49
Tiempo de desagregación (min:s) de la pastilla sin recubrimiento	7min:30s	4min:40s	4min:30s	4min:10s	4min:05s

25 Por otro lado, se han efectuado unos ensayos con el fin de evaluar para cada una de las pastillas n 3, nº 4, nº 5, nº 6 y nº 7, la eficacia de aclarado asociada.

30 Los ensayos para medir la eficacia de aclarado de las pastillas se realizaron con un lavavajillas de la marca Fagor LFF-041 programado según un ciclo de lavado corto (30 minutos) a 35°C y con una dureza de agua de 35°TH.

Para este ensayo, se colocan 4 vasos en el compartimiento superior del lavavajillas al principio del ciclo de lavado. Se coloca también un lastre de suciedad en el lavavajillas.

35 La eficacia de aclarado de las pastillas se evalúa por observación de los vasos con la ayuda de una caja provista de puntos.

El manchado se mide después de un ciclo de lavado. El manchado se evalúa gracias a una escala de notas de entre 0 y 7, en la que 0 es la nota más mala (aclarado ineficaz) y 7 la mejor nota (aclarado muy eficaz).

40 La formación de película se mide después de 5 ciclos de lavado sucesivos. La formación de película se evalúa por observación del velo presente en los vasos. La formación de película se evalúa gracias a una escala de notas de entre 0 y 10, en la que 0 es la nota más mala (aclarado ineficaz) y 10 la mejor nota (aclarado muy eficaz).

El brillo se evalúa después de 1 ciclo de lavado. El brillo se evalúa gracias a la escala de notas de 0 y 10, en la que 0 es la nota más mala (aclarado ineficaz) y 10 la mejor nota (aclarado muy eficaz).

5 Los resultados de los ensayos comparativos están recopilados en la tabla 7 siguiente.

Tabla 7

	Recubrimiento	Manchado	Formación de película	Brillo
Pastilla nº3	NO	5	9	10
Pastilla nº4	SI sin Acusol 460ND	5.5	9	10
Pastilla nº5	SI sin Acusol 460ND	5.5	9	10
Pastilla nº6	SI con Acusol 460ND	6.5	9	10
Pastilla nº7	SI con Acusol 460ND	6.5	9	10

10 Se constata que las pastillas nº 5 y nº 6 presentan mejores resultados en las manchas que las pastillas nº 3, nº 4 y nº 5.

La adición del agente anti-manchas (Acusol 460 ND) en la solución de recubrimiento permite por lo tanto aumentar la eficacia de aclarado sobre las manchas en ciclo corto.

15 La dispersión rápida del agente anti-manchas (Acusol 460 ND) en la solución de lavado permite en efecto mejorar la eficacia sobre las manchas de la pastilla.

20 **Ensayo 3: Utilización de un polímero anti-manchas en la solución de recubrimiento para mejorar la estabilidad de una pastilla de lavavajillas.**

El objetivo de este ensayo es evaluar la influencia de la utilización de un recubrimiento que integra un agente anti-manchas en la estabilidad de las pastillas.

25 Se han realizado unas mediciones comparativas en las pastillas de lavavajillas siguientes:

- una pastilla de lavavajillas no recubierta, embalada individualmente en un embalaje hidrosoluble, de tipo "flowpack" hidrosoluble (pastilla nº 8);
- 30 - una pastilla de lavavajillas recubierta, en la que la solución de recubrimiento no contiene agente anti-manchas. La solución de recubrimiento está compuesta por alcohol polivinílico y por agua (pastilla nº 9);
- una pastilla de lavavajillas recubierta, en la que la solución de recubrimiento no contiene agente anti-manchas. La solución de recubrimiento está compuesta por alcohol polivinílico, por agua, y por un agente humectante (pastilla nº 10);
- 35 - una pastilla de lavavajillas recubierta con una solución de recubrimiento que contiene un agente anti-manchas. La solución de recubrimiento está compuesta por alcohol polivinílico, por agua y por el agente anti-manchas (pastilla nº 11);
- 40 - una pastilla de lavavajillas recubierta con una solución de recubrimiento que contiene un agente anti-manchas. La solución de recubrimiento está compuesta por alcohol polivinílico, por agua, por un agente humectante y por el agente anti-manchas (pastilla nº 12).

45 El agente anti-manchas utilizado para este ensayo comparativo es el producto referenciado "acusol 460 ND" comercializado por la compañía Dow Chemical.

Los compuestos utilizados en la fórmula de cada pastilla se reparten en tres capas. Los compuestos de las diferentes capas se indican en las tablas 8a, 8b y 8c siguientes.

50 Las diferentes capas de la pastilla se comprimen en una prensa hidráulica de manera que se forme una pastilla que tenga una masa global de 16 g. Las fuerzas de pre-compresión y de compresión utilizadas se indican en la tabla 10 siguiente.

Tabla 8a

Ingredientes CAPA 1	Pastilla n°8 (% en masa de la capa)	Pastilla n°9 (% en masa de la capa)	Pastilla n°10 (% en masa de la capa)	Pastilla n°11 (% en masa de la capa)	Pastilla n°12 (% en masa de la capa)
CARBONATO DE SODIO	11,80	11,80	11,80	11,80	11,80
CITRATO TRISÓDICO 2(H ₂ O)	40,45	40,45	40,45	40,45	40,45
PERCARBONATO DE SODIO	23,27	23,27	23,27	23,27	23,27
CLORURO DE SODIO	14,56	14,56	14,56	14,56	14,56
LUTENSOL AT50 (Tensioactivo no iónico comercializado por la compañía BASF)	2,98	2,98	2,98	2,98	2,98
ARBOCEL TF 0210	0,86	0,86	0,86	0,86	0,86
PEG 1500	5,00	5,00	5,00	5,00	5,00
HEDFOSFONATO DE SODIO	0,88	0,88	0,88	0,88	0,88
GLICERINA	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20
TOTAL CAPA 1	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00

Tabla 8b

Ingredientes CAPA 2	Pastilla n°8 (% en masa de la capa)	Pastilla n°9 (% en masa de la capa)	Pastilla n°10 (% en masa de la capa)	Pastilla n°11 (% en masa de la capa)	Pastilla n°12 (% en masa de la capa)
CARBONATO DE SODIO	11,77	11,77	11,77	11,77	11,77
CITRATO TRISÓDICO 2(H ₂ O)	40,45	40,45	40,45	40,45	40,45
PERCARBONATO DE SODIO	23,27	23,27	23,27	23,27	23,27
CLORURO DE SODIO	14,56	14,56	14,56	14,56	14,56
LUTENSOL AT50 (Tensioactivo no iónico comercializado por la compañía BASF)	2,98	2,98	2,98	2,98	2,98
ARBOCEL TF 0210	0,86	0,86	0,86	0,86	0,86
PEG 1500	5,00	5,00	5,00	5,00	5,00
HEDFOSFONATO DE SODIO	0,88	0,88	0,88	0,88	0,88
COLORANTE TARTRAZINA E102 MD LA	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03
GLICERINA	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20
TOTAL CAPA 2	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00

Tabla 8c

Ingredientes CAPA 3	Pastilla n°8 (% en masa de la capa)	Pastilla n°9 (% en masa de la capa)	Pastilla n°10 (% en masa de la capa)	Pastilla n°11 (% en masa de la capa)	Pastilla n°12 (% en masa de la capa)
CARBONATO DE SODIO	13,10	13,10	13,10	13,10	13,10
SILICATO DE SODIO	8,80	8,80	8,80	8,80	8,80
CITRATO TRISÓDICO 2(H ₂ O)	27,80	27,80	27,80	27,80	27,80
Perfume limón	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06
LUTENSOL AT50 (Tensioactivo no iónico comercializado por la compañía BASF)	2,98	2,98	2,98	2,98	2,98
CLORURO DE SODIO	29,85	29,85	29,85	29,85	29,85
ARBOCEL TF 0210	0,86	0,86	0,86	0,86	0,86
TAED	4,00	4,00	4,00	4,00	4,00
CATALIZADOR	0,76	0,76	0,76	0,76	0,76
PROTEASA	4,65	4,65	4,65	4,65	4,65
AMILASA	0,78	0,78	0,78	0,78	0,78
PEG 1500	6,13	6,13	6,13	6,13	6,13

Ingredientes CAPA 3	Pastilla n°8 (% en masa de la capa)	Pastilla n°9 (% en masa de la capa)	Pastilla n°10 (% en masa de la capa)	Pastilla n°11 (% en masa de la capa)	Pastilla n°12 (% en masa de la capa)
COLORANTE AZUL E133 LAKE	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03
GLICERINA	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20
TOTAL CAPA 3	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00

Cada una de las pastillas n° 8 fabricadas se embalan individualmente en un “flowpack” hidrosoluble. Este tipo de “flowpack” hidrosoluble es un embalaje formado a partir de alcohol polivinílico, de 35 µm de grosor, como por ejemplo el producto referenciado “L711” comercializado por la compañía MonoSol.

Para las pastillas n° 9, n° 10, n° 11 y n° 12, se pulveriza una solución de recubrimiento en la superficie de las pastillas así formadas con el fin de recubrir la pastilla con un revestimiento hidrosoluble. Para estas pastillas, se deposita un revestimiento uniforme de 0,5 g de solución de recubrimiento sobre la superficie de la pastilla con el fin de formar un recubrimiento uniforme.

La tabla 9 siguiente precisa la composición de la solución de recubrimiento utilizada para estas pastillas n° 9, n° 10, n° 11 y n° 12.

Tabla 9

Ingredientes de la solución de recubrimiento	Pastilla n°9 (% en masa)	Pastilla n°10 (% en masa)	Pastilla n°11 (% en masa)	Pastilla n°12 (% en masa)
Alcohol polivinílico	47,90	47,90	45,84	45,84
Agua	52,10	50,10	47,91	46,91
Glicerina	0	2,00	0	1,00
Acusol 460 ND	0	0	6,25	6,25
TOTAL	100,00	100,00	100,00	100,00

La tabla 10 siguiente recapitula los parámetros de fabricación de las diferentes pastillas, y da las mediciones de dureza y desagregación de cada una de las pastillas, entendiéndose que estos parámetros se midieron de la misma manera que para el ensayo 1.

Tabla 10

	Pastilla n°8	Pastilla n°9	Pastilla n°10	Pastilla n°11	Pastilla n°12
Masa capa 1 (g)	6	6	6	6	6
Masa capa 2 (g)	5	5	5	5	5
Masa capa 3 (g)	5	5	5	5	5
Fuerza de pre-compresión aplicada sobre capa 1 (kN)	20	30	30	30	30
Fuerza de pre-compresión aplicada sobre capa 2 (kN)	20	20	20	20	20
Fuerza de pre-compresión aplicada sobre capa 3 (kN)	60	30	30	30	30
Dureza de la pastilla (N)	135	50	49	51	50
Tiempo de desagregación (min:s) de la pastilla sin recubrimiento y sin “flowpack”	7min 20s	4min 52s	4min 50s	5min 00s	5min 05s

Para el ensayo 3, se utilizan 5 ejemplares de cada una de las pastillas n° 8, n° 9, n° 10, n° 11 y n° 12 y se colocan estos 5 ejemplares en una bolsita flexible cuya forma está prevista para que la bolsita se mantenga de pie sola, por ejemplo, una bolsita de tipo Doypack.

Cada bolsita flexible que contiene los 5 ejemplares de cada una de las diferentes pastillas se coloca después en un recinto climático a 38°C y 70% de humedad relativa durante 2 semanas.

Después de que hayan pasado estas 2 semanas en recinto climático, se ensaya cada una de las pastillas con el fin de examinar el aspecto visual y medir el tiempo de desagregación de cada tipo de pastilla.

Los resultados obtenidos están recapitulados en la tabla 11 siguiente.

Tabla 11

	Pastilla nº8	Pastilla nº9	Pastilla nº10	Pastilla nº11	Pastilla nº12
Aspecto de la pastilla	Presencia de algunas pústulas e inicio de lamelización	Presencia de algunas pústulas e inicio de lamelización	Presencia de algunas pústulas e inicio de lamelización	Buen aspecto visual, ausencia de pústulas y ausencia de lamelización	Buen aspecto visual, ausencia de pústulas y ausencia de lamelización
Tiempo de desagregación (min:s)	7min:40s	8min:10s	8min:00s	9min:00s	8min:55s

- 5 Se constata que el aspecto de las pastillas nº 11 y nº 12 no se ha alterado en comparación con las pastillas nº 8, nº 9 y nº 10 que presentan algunas pústulas y un inicio de lamelización después de dos semanas en recinto climático. Esto prueba que el recubrimiento que integra el agente específico para mejorar la eficacia de aclarado, de manera sorprendente, mejora la estabilidad de la pastilla, incluso con respecto a una pastilla que tiene también un recubrimiento pero que no incluye el agente específico.
- 10 Por otro lado, se constata que el tiempo de desagregación de las pastillas nº 11 y nº 12 es conforme y sustancialmente idéntico al tiempo de desagregación de los otros tipos de pastillas.

Referencias bibliográficas

- 15 - US nº 3.231.505
 - WO 01/64829
 - EP 2 196 531

REIVINDICACIONES

- 5 1. Pastilla detergente que comprende un cuerpo formado a partir de polvo compactado, estando dicho cuerpo recubierto con un revestimiento hidrosoluble, teniendo dicho revestimiento hidrosoluble una composición que comprende un agente filmógeno y agua, caracterizada por que la composición del revestimiento hidrosoluble comprende además por lo menos un agente específico para mejorar la eficacia de aclarado de la pastilla detergente.
- 10 2. Pastilla detergente según la reivindicación 1, en la que el revestimiento hidrosoluble tiene un grosor comprendido entre 1 μm y 1000 μm , comprendido preferentemente entre 5 μm y 300 μm , y comprendido más preferentemente entre 15 μm y 150 μm .
- 15 3. Pastilla detergente según cualquiera de las reivindicaciones 1 o 2, en la que el revestimiento hidrosoluble tiene una masa que representa entre el 0,5% y el 15% en masa con respecto al peso total de la pastilla detergente, preferentemente entre el 2% y el 5% en masa con respecto al peso total de la pastilla detergente.
- 20 4. Pastilla detergente según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en la que el agente específico que permite mejorar la eficacia de aclarado es un agente anti-manchas y/o anti-formación de película.
- 25 5. Pastilla detergente según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en la que el por lo menos un agente específico está en una proporción comprendida entre el 0.05% y el 50% en masa con respecto al peso total de la composición del revestimiento hidrosoluble, preferentemente entre el 2% y el 20% en masa con respecto al peso total de la composición del revestimiento hidrosoluble.
- 30 6. Pastilla detergente según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en la que el por lo menos un agente específico es un polímero.
- 35 7. Pastilla detergente según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en la que el por lo menos un agente específico se selecciona de entre los copolímeros acrílico/estireno modificados hidrófobos, o sus combinaciones.
- 40 8. Pastilla detergente según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en la que el por lo menos un agente específico se selecciona de entre los copolímeros de ácido acrílico y de monómero sulfonado, los copolímeros de ácido acrílico y de ácido sulfónico, los copolímeros de ácido acrílico y de ácido maleico, o sus combinaciones.
- 45 9. Pastilla detergente según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en la que el por lo menos un agente específico se selecciona de entre los polímeros carboxilato, los polímeros carboxilato modificados hidrófobos, en particular los polímeros HASE, y sus combinaciones.
- 50 10. Pastilla detergente según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en la que el agente filmógeno está en una proporción comprendida entre el 5% y el 80% en masa con respecto al peso total de la composición del revestimiento hidrosoluble, comprendida preferentemente entre el 20% y el 60% en masa con respecto al peso total de la composición del revestimiento hidrosoluble, y comprendida más preferentemente entre el 30% y el 55% en masa con respecto al peso total de la composición del revestimiento hidrosoluble.
- 55 11. Pastilla detergente según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en la que el agente filmógeno se selecciona de entre los alcoholes polivinílicos.
- 60 12. Pastilla detergente según la reivindicación 11, en la que el agente filmógeno se selecciona de entre los alcoholes polivinílicos que tienen una tasa de hidrólisis con un porcentaje molar superior o igual al 40%, comprendido preferentemente entre el 70% y el 98%, y comprendido más preferentemente entre el 80% y el 90%.
- 65 13. Pastilla detergente según cualquiera de las reivindicaciones 11 o 12, en la que el agente filmógeno se selecciona de entre los alcoholes polivinílicos que tienen una masa molar en masa comprendida entre 10000 g/mol y 200000 g/mol, y comprendida preferentemente entre 15000 g/mol y 100000 g/mol.
14. Pastilla detergente según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13, en la que la composición del revestimiento hidrosoluble comprende además un agente humectante.
15. Pastilla detergente según la reivindicación 14, en la que el agente humectante está en una proporción inferior o igual al 25% en masa con respecto al peso total de la composición del revestimiento hidrosoluble, preferentemente en una proporción comprendida entre el 1% y el 20% en masa con respecto al peso total de la composición del revestimiento hidrosoluble, más preferentemente en una proporción comprendida entre el 2% y el 10% en masa con respecto al peso total de la composición del revestimiento hidrosoluble.
16. Pastilla detergente según cualquiera de las reivindicaciones 14 o 15, en la que el agente humectante se selecciona de entre la glicerina, los polietilenglicoles y sus combinaciones.

17. Pastilla detergente según cualquiera de las reivindicaciones 14 o 15, en la que el agente humectante se selecciona de entre los polietilenglicoles que tienen una masa molar en masa comprendida entre 1000 g/mol y 4000 g/mol.