

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 806 298**

51 Int. Cl.:

C11D 3/04 (2006.01)
C11D 3/12 (2006.01)
C11D 3/20 (2006.01)
C11D 3/33 (2006.01)
C11D 7/06 (2006.01)
C11D 7/20 (2006.01)
C11D 7/26 (2006.01)
C11D 7/32 (2006.01)
C11D 9/28 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **26.01.2015 PCT/EP2015/051446**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **06.08.2015 WO15113924**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **26.01.2015 E 15702422 (5)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **29.04.2020 EP 3099772**

54 Título: **Composición acuosa que contiene metal oligodinámico**

30 Prioridad:

29.01.2014 EP 14152966

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
17.02.2021

73 Titular/es:

**UNILEVER NV (100.0%)
Weena 455
3013 AL Rotterdam, NL**

72 Inventor/es:

**AGARKHED, AJIT, MANOHAR y
KUMAR, NITISH**

74 Agente/Representante:

LINAGE GONZÁLEZ, Rafael

ES 2 806 298 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

Composición acuosa que contiene metal oligodinámico

5 **Campo de la invención**

La invención se refiere a composiciones acuosas de metales oligodinámicos, especialmente plata.

Antecedentes de la invención

10

Existe una demanda creciente de composiciones de limpieza antimicrobianas. Los consumidores prefieren cada vez más pastillas de jabón y limpiadores antimicrobianos para las manos y el cuerpo.

15

Composiciones de limpieza antimicrobianas que contienen un metal oligodinámico tal como plata, cobre o cinc son muy eficaces contra una variedad de bacterias. Lo más ampliamente se usa plata. Sin embargo, algunos metales, especialmente plata, son particularmente propensos a desestabilización tras la exposición a pH alto, calor y fuerte alteración del color por la luz solar, aglomeración o incluso separación de fases en condiciones extremas.

20

Habitualmente tales metales se incluyen a niveles de ppm o incluso ppb (partes por millón/partes por mil millones) lo cual hace que sea imperativo garantizar que la menor cantidad posible se vuelve inactiva.

25

Generalmente también es difícil garantizar una distribución uniforme de plata dentro de la matriz de la composición.

Esto conduce al desarrollo de composiciones de premezcla acuosa que se usan como vehículos de administración.

30

La base líquida de tales composiciones hace que sea fácil dosificar y distribuir el metal oligodinámico con mayor precisión.

35

Sin embargo, la alteración del color, especialmente de la plata, todavía supone un problema, dado que algunos de los métodos conocidos no proporcionan una solución robusta, eficaz y duradera.

40

El documento US2006240122 A1 (Miner Edwin) da a conocer que puede usarse polipectato y EDTA (un agente quelante) para estabilizar iones de plata y prolongar el efecto antimicrobiano. También se da a conocer que la plata quelada se dispersa mejor que la plata no quelada. El polipectato se quela con iones de calcio y magnesio libres. El complejo se prepara preparando en primer lugar una mezcla de nitrato de plata amoniacal. La solicitud también da a conocer una composición antiséptica líquida que contiene agua, iones de plata, polipectato y EDTA.

45

El documento US2012034314 A1 (Levison Lisa Turner) da a conocer que un polímero de fijación policuaturnio 69 puede unir los iones de metal quelados a la piel durante un periodo prolongado. El compuesto de plata quelado (por ejemplo, acrilato de plata) se suspende en el polímero para formar un líquido pegajoso.

50

El documento US 2010/0143494 (Clorox) da a conocer que pueden estabilizarse iones de plata usando ácidos grasos no neutralizados.

El documento US 2010/0143494 (Clorox) da a conocer una composición antimicrobiana que contiene una sal de plata soluble y una alcanolamina o aminoalcohol. La composición puede contener adicionalmente un aminoácido o sal de aminoácido y tensioactivo. La composición tiene estabilidad y actividad adicionales en comparación con complejos de plata de la técnica anterior.

55

Existe una necesidad no cubierta de una solución robusta para el problema técnico de la alteración del color. También existe una necesidad de una solución para el problema de la inestabilidad.

Sumario de la invención

60

Se ha determinado que puede mejorarse notablemente la estabilidad de composiciones acuosas alcalinas que contienen un metal oligodinámico y también puede controlarse la tendencia a la alteración del color reduciendo el contenido en álcali libre de la composición mediante la adición de un ácido orgánico. Una porción del ácido se convierte en una sal en vista de la naturaleza alcalina de la composición.

65

Según un primer aspecto, se da a conocer una composición acuosa que tiene una viscosidad en el intervalo de 1 a 100 cP a 20°C, comprendiendo dicha composición:

(i) un metal oligodinámico o iones del mismo;

(ii) un agente quelante; y,

(iii) contenido en álcali libre de menos del 1% en peso,

5

en la que la composición comprende del 0,01% en peso al 2% en peso de una sal de un ácido orgánico; el pH de la composición es de desde 9 hasta 12 y la razón molar de dicho metal oligodinámico con respecto a dicho agente quelante es de 1:0,25 a 1:10.

10 Según un segundo aspecto, se da a conocer un proceso para preparar una composición acuosa según el primer aspecto, que comprende las etapas de:

(i) calentar una mezcla acuosa que comprende un agente quelante y un compuesto de un metal que tiene propiedad oligodinámica hasta de 30°C a 85°C; y,

15

(ii) añadir un ácido orgánico a dicha mezcla acuosa para llevar el contenido en álcali libre de dicha composición, medido como NaOH, hasta menos del 1% en peso.

20 Según un tercer aspecto, se da a conocer el uso de la composición según el primer aspecto como vehículo de administración para metal oligodinámico en un limpiador a base de tensioactivo.

Ahora se explicará la invención en detalle.

Descripción detallada de la invención

25

La plata, el cinc, el cobre y algunos otros materiales oligodinámicos se usan ampliamente en composiciones antimicrobianas. Sin embargo, los óxidos y algunas sales de tales metales, especialmente plata, son sensibles al pH, al calor y a la luz. En tales condiciones, el metal tiende a experimentar alteración del color para formar partículas marrones, grises o negras. Las partículas se vuelven propensas a sedimentación y/o aglomeración.

30

Los agentes quelantes tales como EDTA (ácido etilendiaminetetraacético) y DTPA (ácido dietilentriaminapentaacético) proporcionan algún grado de estabilidad al color de la composición, pero su efecto es limitado. Esto se manifiesta como un cambio gradual pero perceptible del color de las partículas y con frecuencia también del de la propia composición hacia tonos más oscuros.

35

Tal como se da a conocer en la sección de antecedentes, la plata y otros metales de este tipo se dosifican habitualmente a niveles muy bajos. La distribución del metal es habitualmente uniforme en composiciones líquidas tales como jabones para el lavado de las manos, preparaciones para el lavado corporal y champús. Sin embargo, es difícil garantizar la distribución homogénea de la pequeña cantidad a lo largo de toda la matriz de la composición cuando se trata de composiciones sólidas tales como pastillas de jabón. Las composiciones de premezcla acuosa ofrecen una solución algo buena, pero tales composiciones tienen una vida útil limitada en vista de su tendencia general a aglomerarse y experimentar alteración del color.

40

Se ha determinado el papel del contenido en álcali libre sobre la estabilidad de la composición. La estabilidad del color es significativamente mejor con un contenido en álcali libre de menos del 1% en peso.

45

Sin desear limitarse a la teoría, se cree que un contenido en álcali libre inferior provoca una alteración mínima del equilibrio iónico de los iones de metal quelados.

50

Se cree que un contenido en alcalinidad libre inferior hace que los iones de metal quelados sean menos propensos a reducción manteniéndolos en disolución, proporcionando de ese modo un método sencillo y eficaz para estabilizar el color. Sorprendentemente, también se ha determinado que las pastillas de jabón, particularmente jabón colado, realizadas usando la composición dada a conocer como vehículo de administración, tenían una distribución altamente uniforme del contenido en metal oligodinámico, especialmente plata.

55

El mecanismo preciso de alteración del color de productos de consumo, especialmente pastillas de jabón, que contienen tales metales, particularmente plata, tampoco se entiende bien. Se plantea la hipótesis de que la solubilidad de compuestos tales como óxido de plata aumenta con la alcalinidad, conduciendo a la formación de hidróxido de plata que posteriormente forma otros compuestos de plata tales como jabones de plata que tienen un color más oscuro. A la inversa, se cree que cuando se controla la alcalinidad, ayuda a retener la mayor parte de la plata en su forma activa.

60

En vista de una estabilidad física y de color potenciada, las composiciones, especialmente composiciones de premezcla, pueden almacenarse durante periodos más prolongados y este beneficio técnico ayuda a superar una restricción principal de la cadena de suministro ya que las composiciones pueden prepararse a granel y también

65

pueden transportarse a lo largo de una larga distancia sin preocuparse por fluctuaciones en las condiciones climáticas.

Metal oligodinámico

5 El efecto oligodinámico (también denominado acción oligodinámica) es el efecto de inhibir o destruir microorganismos mediante el uso de cantidades muy pequeñas de una sustancia química. Varios metales muestran tal efecto. Los metales preferidos son plata, cobre, cinc, oro o aluminio. Se prefiere particularmente la plata. En forma iónica puede existir como sal o cualquier compuesto en cualquier estado de oxidación aplicable.

10 Realizaciones preferidas de la composición acuosa tienen de 10 a 6000 ppm del metal oligodinámico. Composiciones adicionalmente preferidas tienen de 100 a 3000 ppm, composiciones más preferidas tienen del 0,001 al 10% en peso del metal oligodinámico. Realizaciones más preferidas tienen del 0,01 al 5% en peso y realizaciones aún adicionalmente preferidas tienen del 0,1 al 2% en peso de metal oligodinámico. Cuando el metal está presente en forma de un compuesto tal como plata en forma de acetato de plata; entonces se incluye una cantidad apropiada del compuesto de modo que el contenido en metal activo está dentro de los intervalos amplios y preferidos.

Compuestos de plata preferidos

20 Compuestos de plata preferidos son compuestos de plata (I) solubles en agua que tienen una solubilidad de ion plata de al menos $1,0 \times 10^{-4}$ mol/l (en agua a 25°C). La solubilidad de ion plata, tal como se denomina en el presente documento, es un valor derivado a partir de un producto de solubilidad (Ksp) en agua a 25°C, un parámetro bien conocido que se notifica en numerosas fuentes. Más particularmente, la solubilidad de ion plata [Ag⁺], un valor dado en mol/l, puede calcularse usando la fórmula:

$$[Ag^+] = (K_{sp} \cdot x)^{1/(x+1)}$$

30 donde Ksp es el producto de solubilidad del compuesto de interés en agua a 25°C, y x representa el número de moles de ion plata por mol de compuesto. Se ha encontrado que los compuestos de plata (I) que tienen una solubilidad de ion plata de al menos 1×10^{-4} mol/l son adecuados para su uso en el presente documento. En la tabla 1 se facilitan valores de solubilidad de ion plata para una variedad de compuestos de plata:

TABLA 1

Compuesto de plata	X	Ksp (mol/l en agua a 25°C)	Solubilidad de ion plata [Ag ⁺] (mol/l en agua a 25°C)
nitrate de plata	1	51,6	7,2
acetato de plata	1	$2,0 \times 10^{-3}$	$4,5 \times 10^{-2}$
sulfato de plata	2	$1,4 \times 10^{-5}$	$3,0 \times 10^{-2}$
benzoato de plata	1	$2,5 \times 10^{-5}$	$5,0 \times 10^{-3}$
salicilato de plata	1	$1,5 \times 10^{-5}$	$3,9 \times 10^{-3}$
carbonato de plata	2	$8,5 \times 10^{-12}$	$2,6 \times 10^{-4}$
citrato de plata	3	$2,5 \times 10^{-16}$	$1,7 \times 10^{-4}$
óxido de plata	1	$2,1 \times 10^{-8}$	$1,4 \times 10^{-4}$
fosfato de plata	3	$8,9 \times 10^{-17}$	$1,3 \times 10^{-4}$
cloruro de plata	1	$1,8 \times 10^{-10}$	$1,3 \times 10^{-5}$
bromuro de plata	1	$5,3 \times 10^{-13}$	$7,3 \times 10^{-7}$
yoduro de plata	1	$8,3 \times 10^{-17}$	$9,1 \times 10^{-9}$
sulfuro de plata	2	$8,0 \times 10^{-51}$	$2,5 \times 10^{-17}$

35 Compuestos de plata (I) preferidos son óxido de plata, nitrato de plata, acetato de plata, sulfato de plata, benzoato de plata, salicilato de plata, carbonato de plata, citrato de plata y fosfato de plata, siendo de particular interés óxido de plata, sulfato de plata y citrato de plata en una o más realizaciones. En al menos una realización preferida, el compuesto de plata (I) es óxido de plata.

40 Preferiblemente el compuesto de plata no está en forma de nanopartículas, unido a nanopartículas o forma parte de silicatos intercalados tales como, por ejemplo, bentonita.

Los quelatos se caracterizan por enlaces covalentes coordinados. Estos se producen cuando pares no unidos de electrones en átomos distintos de metales tales como nitrógeno y oxígeno llenan orbitales d vacantes en el átomo de metal que está quelándose. Las cargas positivas de valencia en el átomo de metal pueden equilibrarse por las cargas negativas de ligandos de aminoácido de combinación. La unión de un par de electrones en orbitales vacantes del metal permite la formación de más enlaces covalentes de lo que indicaría la valencia (o número de oxidación) del metal. Formar enlaces de esta manera se denomina química de coordinación. Esto permite que se formen quelatos, siempre que los ligandos puedan unirse con dos o más restos dentro de la misma molécula y siempre que esté presente una química apropiada que fomenta la quelación. Un factor importante es la resistencia del complejo formado entre el ion de metal y el agente quelante. Esto determina si el complejo se formará en presencia de aniones competidores. Se ha determinado la constante de equilibrio o estabilidad (K), expresada como $\log K$, para muchos metales y agentes quelantes. Cuanto mayores son los valores de $\log K$, más estrechamente se unirá el ion de metal al agente quelante y más probable será que se forme el complejo.

Un agente quelante preferido se selecciona de ácido etilendiaminatetraacético (EDTA), disuccinato de etilendiamina (EDDS), ácido N,N-bis(carboximetil)glutámico (GLDA), ácido dietilentriaminapentaacético (DTPA), ácido nitrilotriacético (NTA) o ácido etanoldiglicínico (EDG). Habitualmente se usan agentes quelantes en forma de sus sales con un metal. Por ejemplo, se usa EDTA en forma de sal de disodio o tetrasodio. Por consiguiente, se prefiere usar una forma de sal de un agente quelante con respecto a la forma de ácido natural. También se prefiere que el agente quelante esté presente en una forma totalmente neutralizada tal como EDTA de tetrasodio.

En las composiciones de la invención, la razón molar del metal con respecto al agente quelante está en el intervalo de 1:0,25 a 1:10 y más preferiblemente en el intervalo de 1:0,5 a 1:5.

En otra realización preferida de la composición la razón molar de dicho metal con respecto a dicha sal de ácido orgánico es de 1:0,05 a 1:5.

Realizaciones preferidas de la composición son claras y transparentes, pero también pueden ser translúcidas u opacas. La claridad o transparencia se mide en NTU (unidades nefelométricas de turbidez). Se prefiere que la turbidez de composiciones preferidas, según se mide en la escala de NTU, sea de menos de 100 NTU, más preferiblemente menos de 50 NTU, lo más preferiblemente menos de 30 NTU y de manera óptima en el intervalo de 0,01 a 10 NTU. Habitualmente, la turbidez se mide a 25°C.

El contenido en álcali libre de la composición es de menos del 1%. Se cree que el ácido orgánico ayuda a mantener una concentración constante del metal, particularmente plata, incluso tras el almacenamiento prolongado.

La composición tiene del 0,01% en peso al 2% en peso de una sal de un ácido orgánico. Un ácido orgánico preferido es un ácido carboxílico, un aminoácido, un ácido sulfónico o un alfa-hidroxi-ácido. Se prefiere particularmente que el ácido carboxílico sea un ácido graso que tiene de 6 a 18 átomos de carbono. El ácido orgánico proporciona la estabilidad requerida al tiempo que provoca una perturbación mínima del equilibrio iónico de quelación de modo que la resistencia de quelación se ve afectada hasta el grado mínimo. No se prefieren ácidos minerales fuertes o inorgánicos porque se cree que el uso de tales ácidos afecta de manera adversa a la estabilidad. En vista de la naturaleza alcalina de la composición, parte del ácido se convierte en su sal. Algo de ácido puede quedar en forma ácida.

El pH de la composición es de desde 9 hasta 12, más preferiblemente de 10 a 12 y de manera óptima de 11 a 12.

En el caso de composiciones que no son lo suficientemente estables, hay cambios de color graduales pero perceptibles desde uno inicial a rosa, rojo y después marrón.

Por tanto, en el caso de realizaciones preferidas de la composición, el componente "rojo" del color de la composición según se mide en la escala de color de RYBN de LOVIBOND no es de más de 10, más preferiblemente es de menos de 8.

La escala de Lovibond® se basa en 84 patrones de color de vidrio calibrados de diferentes densidades de magenta (rojo), amarillo, azul y neutro, que se gradúan desde desaturado hasta completamente saturado. Se hacen corresponder los colores de muestra mediante una combinación adecuada de los tres colores primarios junto con filtros neutros, dando como resultado un conjunto de unidades de RYBN de Lovibond® que definen el color. El valor preferido de 8 para el componente "R" indica que las composiciones preferidas son propensas a una alteración del color mínima. La escala de Lovibond® proporciona un lenguaje sencillo de color que puede describir completamente el aspecto de cualquier color en el menor número posible de palabras y cifras para evitar dificultades del lenguaje. Por conveniencia de registros de laboratorio, o en lecturas de comunicación entre laboratorios, muchas industrias registran sus resultados en una base de tres colores, que indican los valores instrumentales de rojo, amarillo y azul. Intervalo: 0 - 70 rojo, 0-70 amarillo, 0 - 40 azul, 0-3,9 neutro. Longitud de

trayecto: de 1 a 153 mm (1/16" - 6").

Tensioactivos

5 Se prefiere que la composición acuosa dada a conocer esté libre de tensioactivo. Por libre de tensioactivo quiere decirse que las composiciones pueden contener hasta el 3% en peso, más preferiblemente menos del 1% en peso y lo más preferiblemente menos del 0,5% en peso. El término tensioactivo incluye tensioactivos aniónicos, no iónicos, catiónicos y otros. Los tensioactivos aniónicos incluyen tensioactivos basados en jabón, sulfonato etoxilado y sulfonatos.

10 Sin embargo, la composición acuosa puede usarse como vehículo de administración para el metal oligodinámico en cualquier limpiador basado en tensioactivo tal como gel para el lavado corporal y de ducha y pastillas de jabón.

15 Proceso

Según un segundo aspecto, se da a conocer un proceso para preparar una composición acuosa del primer aspecto que comprende las etapas de:

20 (i) calentar una mezcla acuosa que comprende un agente quelante y un compuesto de un metal que tiene propiedad oligodinámica hasta de 30°C a 85°C; y,

(ii) añadir un ácido orgánico a dicha mezcla acuosa para llevar el contenido en álcali libre de dicha composición, medido como NaOH, hasta menos del 1% en peso.

25 Se cree que el ácido proporciona estabilidad a más largo plazo. Se observa que, en ausencia de un ácido, la concentración del metal, especialmente plata, se reduce gradualmente tras el almacenamiento, supuestamente debido a aglomeración y sedimentación. Se cree que la adición de ácido mantiene los iones de metal en disolución y por tanto la concentración de plata permanece más o menos constante. En una realización preferida del proceso, la etapa (i) se lleva a cabo durante hasta 60 minutos.

Según aún otro aspecto, se da a conocer una composición acuosa del primer aspecto que puede obtenerse mediante las etapas de:

35 (i) calentar una mezcla acuosa que comprende un agente quelante y un compuesto de un metal que tiene propiedad oligodinámica hasta de 30°C a 85°C; y,

(ii) añadir un ácido orgánico a dicha mezcla acuosa para llevar el contenido en álcali libre de dicha composición, medido como NaOH, hasta menos del 1% en peso.

40 En una realización preferida del proceso, la cantidad del compuesto del metal en la mezcla acuosa está a un nivel equivalente a de 10 a 6000 ppm del metal. En una realización preferida del proceso, en la mezcla acuosa, la razón molar de metal con respecto a agente quelante está en el intervalo de 1:0,25 a 1:10 y más preferiblemente en el intervalo de 1:0,05 a 1:5.

45 Según aún un aspecto adicional, se da a conocer el uso de una sal de un ácido orgánico para estabilizar el color de una composición acuosa que tiene una viscosidad de desde 1 hasta 100 cP a 20°C y que comprende un metal oligodinámico o iones del mismo, un agente quelante y álcali libre a menos del 1% en peso.

50 Composición de limpieza

En un aspecto la composición acuosa de la invención puede usarse como premezcla para la fabricación de otras composiciones, tales como una composición de limpieza. Los ejemplos no limitativos de la misma incluyen líquidos para el lavado de las manos, líquidos para el lavado corporal, pastillas para el baño, pastillas de jabón, desinfectantes para manos, geles de ducha, champú, limpiadores para el suelo y composiciones de limpieza para superficies duras.

60 Pueden prepararse pastillas/comprimidos de jabón usando técnicas de fabricación tal como se describen en la bibliografía y se conocen en la técnica para la fabricación de pastillas de jabón. Se facilitan ejemplos de los tipos de procesos de fabricación disponibles en el libro Soap Technology for the 1990's (editado por Luis Spitz, American Oil Chemist Society Champaign, Illinois, 1990). Estos incluyen de manera amplia: formación en estado fundido, extrusión/estampado y extrusión, templado y corte. Un proceso preferido es extrusión y estampado porque proporciona pastillas de alta calidad.

65 Las pastillas de jabón pueden prepararse, por ejemplo, o bien empezando con o bien formando el jabón *in situ*. Cuando se emplea el ácido graso o ácidos que son los precursores del jabón como componentes de partida, tal

ácido o ácidos pueden calentarse hasta una temperatura suficiente para fundir los mismos y normalmente al menos 80°C y, más particularmente desde 80°C hasta por debajo de 100°C, y se neutralizan con un agente neutralizante o base adecuado, por ejemplo, hidróxido de sodio, que se añade habitualmente como disolución caustica. El agente neutralizante se añade preferiblemente a la masa fundida en una cantidad suficiente para neutralizar completamente el ácido graso de formación de jabón y, en al menos una realización, se añade preferiblemente en una cantidad superior a la requerida para neutralizar de manera sustancialmente completa tal ácido graso.

Tras la neutralización, puede evaporarse el agua en exceso y preferiblemente se añaden componentes de composición adicionales, incluyendo compuesto de plata (I) añadido. Aunque no es necesario, se prefiere que se use un portador, preferiblemente talco, glicerina o trietilamina, para añadir al compuesto de plata (I). De manera deseable, el contenido en agua se reduce hasta un nivel tal que, basándose en el peso total del mismo, las pastillas resultantes no contienen más del 25% en peso, preferiblemente no más del 20% en peso, más preferiblemente no más del 18% en peso de agua, siendo contenidos en agua de desde el 8 hasta el 15% en peso típicos de muchas pastillas. En el transcurso del procesamiento, o bien como parte de la neutralización y/o bien después de la misma, puede ajustarse el pH, según se necesite, para proporcionar el pH alto de al menos 9 que se desea para las pastillas objeto.

La mezcla resultante puede formarse para dar pastillas vertiendo la mezcla, mientras está en un estado fundido, en moldes, o mediante procedimientos de amalgamación, molienda, compactación mediante hilera y/o estampado tal como se conocen bien y se emplean habitualmente en la técnica. En un proceso típico, la mezcla se extrude a través de un conjunto de múltiples husillos y se hace que el líquido espeso que sale del mismo, que normalmente tiene una viscosidad en el intervalo de 80.000 a 120.000 cPs, caiga sobre rodillos enfriados rotatorios. Cuando el material viscoso cae sobre los rodillos enfriados, se forman copos de jabón. Después se transportan estos copos a una placa de compactación filiforme de barras para su procesamiento adicional. Tal como el nombre sugiere, el material que sale de esta placa está en forma de barras. Las barras se muelen, se compactan mediante hilera y se les da la forma característica de las pastillas de jabón.

Las pastillas también pueden realizarse mediante un proceso de colada en estado fundido y variaciones del mismo. En un proceso de este tipo, se lleva a cabo la saponificación en una mezcla de etanol-agua (o se disuelve el ácido graso saponificado en etanol en ebullición). Tras la saponificación pueden añadirse otros componentes y preferiblemente se filtra la mezcla, se vierte en moldes y se enfría. Después se somete la composición colada a una etapa de maduración mediante la cual se reducen el alcohol y el agua mediante evaporación a lo largo del tiempo. La maduración puede ser de la composición colada o de lingotes más pequeños, pastillas u otras formas cortadas a partir de la misma. En una variación de un proceso de este tipo descrito en los documentos US4988453 B1 y US6730643 B1, la saponificación se lleva a cabo en presencia de alcohol polihidroxilado y agua, reduciéndose o eliminándose el uso de aceite volátil en la mezcla de saponificación. La colada en estado fundido permite la producción de pastillas translúcidas o transparentes, a diferencia de las pastillas opacas normalmente producidas mediante molienda u otras técnicas mecánicas.

El moldeo o la colada es un método bien conocido para realizar pastillas de jabón, especialmente jabón enmarcado transparente. Para permitir la colada la composición debe poder fundirse sin calcinarse a temperaturas razonables, por ejemplo en el intervalo de 60 a 150°C, y debe volverse sólida al enfriarse. La colada se llevó a cabo tradicionalmente en moldes unitarios que se llenaban con composición fundida y se enfriaban para formar comprimidos de jabón.

Pastillas de jabón coladas en estado fundido que contienen un metal oligodinámico

Generalmente se moldean pastillas de jabón coladas en estado fundido en un refrigerador Schicht que es un dispositivo que tiene una pluralidad de elementos alargados. Habitualmente se añaden metales oligodinámicos tales como plata a niveles muy bajos haciendo que sea difícil garantizar una distribución uniforme del metal en la composición de pastilla. Esta ausencia de uniformidad se manifiesta como pastillas (de jabón colado en estado fundido) que contienen niveles variables de plata y la variación con respecto al nivel medio (o el nivel esperado) es habitualmente de hasta del 60 al 70%. Por ejemplo, cuando el nivel medio esperado es de 10 ppm, también pueden encontrarse pastillas que contienen 3 ppm y 4 ppm de plata.

Sin embargo, se ha observado que, independientemente del bajo contenido en metal, se encontró que las pastillas de jabón, especialmente, jabón colado en estado fundido, realizadas usando una realización preferida de la composición acuosa en forma de vehículo de administración para un metal oligodinámico tal como plata, tenían una variación significativamente inferior del contenido en plata tal como se observa con muestras escogidas de manera aleatoria. El mecanismo para la distribución uniforme no se entiende bien.

Ejemplos

Los siguientes ejemplos no limitativos se proporcionan para ilustrar adicionalmente la invención; la invención no se limita de ninguna manera a los mismos.

Ejemplo 1: efecto de álcali libre

5 Se calentó una mezcla acuosa de óxido de plata (1,5 g) y 50 g de DTPA hasta 60°C. Después de eso, se añadió un ácido orgánico en composiciones experimentales (véanse las tablas 2 y 3) y no se añadió en el caso de composiciones comparativas (véanse las tablas 2 y 3). Se diluyeron las composiciones con agua.

10 En la tabla 2 se muestra la formulación básica del producto terminado y algunas propiedades físicas y químicas importantes:

TABLA 2

Componente	Content / % en peso
Óxido de plata	0,5
Sal de pentasodio de ácido dietilentriaminapentaacético	1,0
Alcalinidad libre	0,05
Agua destilada	Resto hasta el 100
Viscosidad	De 2 cP a 20°C
pH	11
Contenido en tensioactivo	0

15 Se sometieron pastillas de la composición de la tabla 2 a prueba de estabilidad en almacenamiento como composición de control. Se almacenó a 50°C durante una semana. Al final del periodo, se midió el color en un tintómetro de Lovibond® usando una celda de 2 pulgadas. Las observaciones se presentan en la tabla 3. La tabla 3 también contiene información sobre el ácido orgánico añadido (y por consiguiente el % en peso de la sal formada), observaciones que se registraron para algunas de las realizaciones preferidas de la composición que también se sometieron a prueba de la misma manera.

20 TABLA 3

Composición	Antes del almacenamiento		Después de 3 meses de almacenamiento	
	"R" de LOVIBOND	Precipitación	"R" de LOVIBOND	Precipitación
N.º 1 Sin ácido láurico Sin sal	5,5	Sí	15	Sí
N.º 2 Ácido láurico al 0,1% Laurato de sodio al 0,02%	0,1	No	1	No
N.º 3 Ácido láurico al 0,15% Laurato de sodio al 0,02%	0	No	0,5	No
N.º 4 Ácido cítrico al 0,1% Citrato de sodio al 0,03%	0,2	No	1	No

Los datos indican claramente que los beneficios técnicos de estabilidad del color y la estabilidad física. La composición 1 (que puede denominarse composición comparativa) era menos estable.

25 Ejemplo 2: pastillas de jabón coladas en estado fundido y distribución uniforme de plata

Se realizaron varios lingotes de jabón colado en un refrigerador Schicht. La formulación básica se muestra en tabla 4. Se cortó cada lingote en pastillas de tamaño convencional.

30

TABLA 4

Componente	Composición / % en peso	
	A (comparativa)	B
Agua	17,0	17,0
Éster de semilla de palma de sodio	15,0	15,0
Palmato de sodio	14,0	14,0
Sorbitol	12,0	12,0
Glicerina	10,0	10,0
Propilenglicol	6,0	6,0
Laurilsulfato de sodio	4,0	4,0
PEG-4	4,0	4,0
Alcohol isopropílico	3,0	3,0
Cloruro de sodio	1,0	1,0
Perfume	0,8	0,8
Óxido de plata (que tiene un contenido en plata teórico de)	0,001*	0,001**
Pentetato de pentasodio (DTPA)	0,01	0,01

Nota: {*} = añadido en forma de composición n.º 1 de la tabla 3

{**} = añadido en forma de composición n.º 2 de la tabla 3

- 5 Se seleccionaron cuatro muestras de A y cuatro de B de manera aleatoria. Se estimó el contenido en plata mediante un método convencional. Las observaciones se muestran en la tabla 5 a continuación.

TABLA 5

N.º de pastilla (comparativa)	Plata / ppm	N.º de pastilla (experimental)	Plata / ppm
A1	9	B1	8,5
A2	6	B2	9,0
A3	3	B3	8,8
A4	4	B4	9,1

- 10 Las observaciones de la tabla 5, leídas con la información de las tablas 3 y 4, indican muy claramente el contenido en plata ampliamente variable en las pastillas comparativas. Por otro lado, la distribución uniforme de plata en pastillas realizadas usando una realización preferida de la composición acuosa también resulta muy evidente.

- 15 Los ejemplos ilustrados indican que las composiciones proporcionan una solución robusta para problemas técnicos de alteración del color e inestabilidad.

REIVINDICACIONES

1. Composición acuosa que tiene una viscosidad de desde 1 hasta 100 cP a 20°C, comprendiendo dicha composición:
- 5 (i) un metal oligodinámico o iones del mismo;
- (ii) un agente quelante; y,
- 10 (iii) álcali libre a menos del 1% en peso,
- en la que dicha composición comprende del 0,01% en peso al 2% en peso de una sal de un ácido orgánico; el pH de la composición es de desde 9 hasta 12 y la razón molar de dicho metal oligodinámico con respecto a dicho agente quelante es de 1:0,25 a 1:10.
- 15 2. Composición según la reivindicación 1, en la que el componente rojo en la escala de color de RYBN de LOVIBOND de dicha composición no es de más de 10.
- 20 3. Composición según la reivindicación 1 ó 2, que comprende del 0,001 al 10% en peso de dicho metal oligodinámico o iones del mismo.
4. Composición según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que dicha composición está libre de tensioactivos.
- 25 5. Composición según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que dicho metal oligodinámico es plata, cobre, cinc u oro.
6. Composición según la reivindicación 5, en la que dicho metal es plata.
- 30 7. Composición según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que dicho agente quelante se selecciona de ácido etilendiaminatetraacético (EDTA), disuccinato de etilendiamina (EDDS), ácido N,N-bis(carboximetil)glutámico (GLDA), ácido dietilentriaminapentaacético (DTPA), ácido nitrilotriacético (NTA) o ácido etanoldiglicínico (EDG).
- 35 8. Composición según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que la razón molar de dicho metal con respecto a dicha sal de ácido orgánico es de 1:0,05 a 1:5.
9. Proceso para preparar una composición acuosa según la reivindicación 1, que comprende las etapas de:
- 40 (i) calentar una mezcla acuosa que comprende un agente quelante y un compuesto de un metal que tiene una propiedad oligodinámica hasta de 30°C a 85°C; y,
- (ii) añadir un ácido orgánico a dicha mezcla acuosa para llevar el contenido en álcali libre de dicha composición, medido como NaOH, hasta menos del 1% en peso.
- 45 10. Uso de la composición según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8 como vehículo de administración para metal oligodinámico en un limpiador a base de tensioactivo.