



307.714

307714

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña a la solicitud de una

.....
PATENTE DE INVENCION
.....

por VEINTE años en España, por "UN PROCEDI-

MIENTO PARA PREPARAR UNA TABLETA DETERGENTE"
.....
.....

a favor de

UNILEVER N.V.
.....

domiciliado en Museumpark 1, Rotterdam, Holanda.
.....

PRIORIDAD: de la solicitud de patente estado-
unidense No. 334.734 del 31 de di-
ciembre de 1963.-

INVENTOR : Seymore GOLDWASSER, de nacionali-
dad estadounidense.-



Esta invención se relaciona con tabletas detergentes y con un procedimiento de preparación de las mismas.

5 Las tabletas detergentes poseen muchas ventajas sobre los detergentes en forma pulverizada o líquida. Por ejemplo, como un número especificado de tabletas puede añadirse fácilmente a una máquina lavadora, se asegura para cada carga de lavado una cantidad previamente medida de producto detergente que contiene las cantidades adecuadas y exactas de detergente, acumuladores, abrillantadores fluorescentes y similares. Esta cantidad previamente medida de producto detergente impide la producción de excesiva espuma eliminando así toda interferencia con la libre caída de ropas en la máquina lavadora, atascamientos producidos por la espuma y desgaste de piezas de la máquina. Asimismo, el uso de un número especificado de tabletas ofrece una garantía contra el uso de una cantidad inferior a la requerida de producto para el día del lavado y por consiguiente impide unos deficientes resultados en el lavado. Además, las tabletas detergentes son convenientes en cuanto a su empleo y pueden manejarse mucho más fácilmente que los productos detergentes líquidos o en polvo. Las tabletas detergentes eliminan también el problema del despilfarro que acompaña al empleo de productos detergentes líquidos o en polvo.

25 Sin embargo, la producción de tabletas detergentes es cuestión compleja, puesto que implica más que una mera compresión de una formulación detergente en forma de tableta o pastilla. La tableta detergente ha de poder resistir los golpes propios del embalado, manipulación, distribución y uso sin desmoronarse. En otras palabras, la tableta detergente ha de mantenerse fuertemente unida. Sin embargo, si

30

307714

- 3 -

30 U



sólo se depende de la compresión para comunicar solidez a las resultantes tabletas detergentes, entonces éstas poseen un bajo nivel de solubilización en el agua del lavado de manera que resultan inaceptables para el consumidor.

5

Es por consiguiente el objeto de la presente invención proporcionar tabletas detergentes dotadas de una elevada solidez inicial tras su compresión y que sean fuertes, resistentes a la abrasión, de rápida disolución, carentes de pérdidas y de baja formación de espuma, siendo también objeto de la invención la provisión de un procedimiento de producción de aquellas.

10

15

Las tabletas detergentes de la presente invención contienen un detergente sintético y un fosfato y una cantidad crítica de caústico. Tal como se define aquí, un detergente es uno no iónico, aniónico o una mezcla de ellos. El detergente comprende generalmente del 4 al 13% en peso, y preferiblemente del 9 al 12%, basado en el peso total de la tableta detergente. Si se emplea, el detergente no iónico puede ser cualquiera de los conocidos en el arte, incluyendo los siguientes: Condensados de varios moles de óxido alquilénico hidrofílico, tal como óxido etilénico u óxido propilénico, con una base hidrofóbica, tal como un fenol alquilado, un alcohol graso, una amina grasa, una amida grasa o la base hidrofóbica formada por la condensación de óxido propilénico con glicol propilénico. Los condensados de fenol alquílico-óxido alquilénico se preparan generalmente condensando un mol de un fenol alquílico que tenga de 9 a 15 átomos de carbono aproximadamente en el radical alquilo, con 8 a 20 moles aproximadamente del óxido alquilénico, por ejemplo los productos de condensación; un mol de fenol dode

20

25

30



cílico con un promedio de 10 moles de óxido etilénico; un --
 mol de fenol nonílico con un promedio de 9 moles de óxido --
 etilénico; un mol de fenol nonílico con un promedio de 10 mo
 les de óxido etilénico; y un mol de fenol nonílico con un --
 5 promedio de 20 moles de óxido etilénico. Típico de los de--
 tergentes no iónicos que son productos de condensación de un
 alcohol graso con un óxido alquilénico, es el condensado de
 un mol de alcohol tridecílico con un promedio de 10 moles de
 óxido etilénico. Los condensados de taloil con óxidos alqui
 10 lénicos forman también detergentes no iónicos. Típico de és
 tos es el condensado de un mol de taloil con un promedio de
 10 moles de óxido etilénico.

Los alcanoles polioxialquilénicos son también de--
 tergentes no iónicos y se preparan mediante la condensación
 15 de un óxido alquilénico con una base hidrofóbica formada por
 la condensación de óxido propilénico con glicol propilénico.
 Estos detergentes no iónicos, que se describen en la patente
 norteamericana No. 2.674.619 y se venden con el nombre de --
 "Pluronic", tienen la siguiente fórmula empírica: $RO(C_2H_4O)_a$
 20 $(C_3H_6O)_b (C_2H_4O)_c H$. La porción básica hidrofóbica de este -
 detergente no iónico, es decir la porción $(C_3H_6O)_b$, tiene ge
 neralmente un peso molecular de 801 a 2100. La cantidad de
 óxido etilénico en esos compuestos está representada por la
 suma de a más c, que es un número entero tal que la molécula
 25 contenga del 0 al 90% de óxido etilénico. Así, en "Pluronic
 L-60", b representa un peso molecular de 1501 a 1800, y a más
 c es un número entero tal que la molécula contenga del 0 al
 10% de óxido etilénico. En "Pluronic L-61", b representa un
 peso molecular de 1501 a 1800 y a más c es un número entero
 30 tal que la molécula contenga del 10 al 20% de óxido etiléni-



30 DIV

5 co. En "Pluronic L-64", b representa un peso molecular de 1501 a 1800 y a más c es un número entero tal que la molécula contenga del 40 al 50% de óxido etilénico. En "Pluronic F-38", b representa un peso molecular de 801 a 1000 y a más c es un número entero tal que la molécula contenga del 80 - al 90% de óxido etilénico. En "Pluronic F-68", b representa un peso molecular de 1501 a 1800 y a más c es un número entero tal que la molécula contenga del 80 al 90% de óxido etilénico. En "Pluronic F-75", b representa un peso molecular de 1801 a 2100 y a más c es un número entero tal que la molécula contenga del 50 al 60% de óxido etilénico. Los detergentes de tipo Pluronic de la patente estadounidense No. 2.425.845 son adecuados.

15 Otros detergentes no iónicos adecuados son las dietanolamidas de ácidos grasos de cadena larga, tal como la dietanolamida láurica.

20 Entra también en el ámbito de la presente invención el uso en la tableta de un detergente aniónico solo o en combinación con un detergente no iónico. Cualquier agente de acción superficial reconocido en el arte como detergente aniónico es adecuado aquí. Este incluye, entre otros, los siguientes detergentes aniónicos: Sulfonatos alquilarílicos, en los que la porción alquílica puede ser de cadena ramificada o recta, los isetionatos acílicos, los tauratos acílicos, sulfatos alquílicos, los condensados de alcoholes grasos sulfatados y óxidos etilénicos, taurinas alquílicas, taurinas hidroxialquílicas y las N-(2-alquil)-sulfoalcanamidas.

25 Un fosfato es otro ingrediente esencial en la tableta detergente de la invención. La cantidad de fosfato no es crítica; sin embargo, generalmente será del 5 al 95%

30

307714

- 6 -

30



5

10

15

20

25

30

en peso y preferiblemente del 40 al 70%, basado en el peso total de la tableta. Tal como se define aquí, un fosfato es tripolifosfato pentasódico, tripolifosfato pentapotásico y mezclas de ellos. Tal como se define aquí también, un fosfato incluye la sustitución de otros fosfatos, tal como una cantidad de hasta el 50% de ortofosfato trisódico (PO_4Na_3), una cantidad de hasta el 20% de pirofosfato tetrasódico ($\text{P}_2\text{O}_7\text{Na}_4$) una cantidad de hasta el 20% de pirofosfato tetrapotásico ($\text{P}_2\text{O}_7\text{K}_4$) y una cantidad de hasta el 30% de tripolifosfato pentasódico exahidrato, para una porción del tripolifosfato pentasódico y tripolifosfato pentapotásico.

Con relación al tripolifosfato sódico, es decir tripolifosfato pentasódico, es adecuado emplear el tripolifosfato sódico Forma I sólo, el tripolifosfato sódico Forma II sólo o una combinación de tripolifosfatos sódicos de las Formas I y II. Esto representa una de las ventajas de la presente invención, puesto que no es crítico el disponer una cantidad determinada de Forma I y una cantidad determinada de Forma II cuando se emplea tripolifosfato sódico en una tableta de detergente. Los tripolifosfatos sódicos de las Formas I y II y sus propiedades son bien conocidos en el arte (patentes estadounidenses Nos. 3.056.652 y 2.897.155).

El cáustico se define en la presente invención como material alcalino que constituye una fuente de Na_2O ó K_2O y que es capaz de formar una solución en agua con una concentración del 23,5% por lo menos, expresado como NaOH . Los siguientes compuestos, entre otros, entran en el ámbito de esta definición: Hidróxido sódico, hidróxido potásico y silicatos, por ejemplo $\text{Na}_2\text{O} \cdot 2,4\text{SiO}_2$.

La mezcla empleada para la formación de las table--

307714

- 7 -

30 DIC



tas ha de contener entre el 0,48 y el 2,6% de cáustico (pe-
so de Na_2O equivalente basado en el peso total de la table-
ta) y contener agua para proporcionar una concentración del
23,5% por lo menos como NaOH. Si se emplea menos del 0,48%
5 de cáustico o si la concentración es inferior al 23,5%, no
evitará suficientemente la formación de indeseables crista-
les en forma de agujas, y no permitirá o favorecerá suficien-
temente la formación de cristales en forma de placas. Si -
se emplea más del 2,6%, por ejemplo el 2,8% de cáustico, no
10 ocurrirá ninguna cristalización y la mezcla, por ejemplo la
mezcla aglomerada, será pulposa. Por consiguiente, es nece-
sario que haya cristales en forma de placas en la tableta a
fin de aglutinar las partículas de la misma de manera que -
proporcione un producto que posea la requerida solidez ini-
15 cial después de su compresión para su manipulación y envasa-
do y que posea la requerida solubilidad en agua, es decir -
inferior a 1,5 minutos con las condiciones habituales de --
una máquina lavadora en funcionamiento.

El tipo de cristales indeseable antes mencionado es
20 el de forma de aguja. Evidentemente, el agua del fosfato -
hidratado en la tableta causa un desarrollo en la dirección
longitudinal sólomente formando los cristales aciculares. Es-
tos cristales definen cierto tipo de formación cristalina -
conocida en el arte ("Industrial Microscopy", L.C. Lindsley,
25 William Byrd Press, Inc. (1929); "Handbook of Chemical Mi-
croscopy", E.M. Chamot y colaboradores, volumen I (1928)).

Los cristales indeseables, causados por los produc-
tos de descomposición ácidos del fosfato sobre la superficie
de la tableta, que se consideran son orto y pirofosfatos áci-
30 dos, son suficientemente grandes para penetrar y descomponer

307714

- 8 -

30 D



5 la matriz del detergente, por ejemplo un detergente no ióni-
co y céreo. Si el detergente actúa como aglutinante provi-
sional, éste disminuirá su eficacia aglutinante. Además, --
los cristales indeseables entrelazados pueden trabar eventual-
mente la estructura interna de la tableta y ésta se desinte-
grará lentamente en el agua. Por consiguiente, un tipo inde-
seable de cristalización durante las operaciones de aglomera-
ción y compresión afecta adversamente a la solidez inicial -
de la tableta después de su compresión y afecta también ad-
10 versamente luego a la solubilidad de la tableta.

Los cristales en forma de placas son también conoci-
dos ("Industrial Microscopy", antes indicado; "Handbook of
Chemical Microscopy", anteriormente señalado) y definen cier-
to tipo de formación cristalina. La diferencia entre crista-
les en forma de placas y cristales en forma de agujas es re-
15 conocida en el arte.

Los cristales aquí descritos se definen además de -
acuerdo con el procedimiento empleado para determinar la cris-
talización en tripolifosfato sódico. En este procedimiento,
20 se pone aproximadamente 0,20 gramo de tripolifosfato sódico
en un portaobjeto de 3 pulgadas x 1 pulgada x 1 mm. (76,20
mm. x 25,40 mm. x 1 mm.). Se añaden de 5 a 8 gotas de agua
con una varilla de agitación a los gránulos de tripolifosfa-
to sódico colocados sobre el portaobjetos. Se coloca inme-
25 diatamente encima de los gránulos una cubierta de vidrio de
25 mm. cuadrados del portaobjeto y se inclina a un lado a fin
de formar una delgada película de líquido y gránulos. Se ob-
serva el portaobjeto con intervalos de 3 minutos durante 12
minutos empleando un microscopio ajustado en 100 ampliaciones
30 con luz polarizada. La formación cristalina en el fosfato,



por sí misma, se considera igual a la formación cristalina en una tableta que contiene un detergente, tal como uno no iónico, y un fosfato, tal como tripolifosfato sódico.

5 Es también necesario emplear del 2 al 11% de agua en la preparación de la tableta de la invención. Esto proporciona la concentración cáustica requerida del 23,5% por lo menos, antes mencionada.

10 Las tabletas detergentes, si se desea, pueden contener otros componentes además de los esenciales, componentes fosfato, cáustico y detergente sintético. Así, es preferible que las pastillas detergentes contengan una o más sales acumuladoras inorgánicas, tales como sulfato, carbonato y silicato metálicos alcalinos (por ejemplo potásicos o sódicos). El componente acumulador puede hallarse presente en una proporción del 0,25 al 70% aproximadamente en peso, aunque es preferible emplear del 19 al 30% aproximadamente en peso del mismo. Sin embargo, si se emplea silicato la cantidad del mismo puede limitarse, puesto que puede aportar equivalentes de Na_2O . Como se indica anteriormente, el cáustico total en la tableta detergente ha de estar comprendido entre el 0,48 y el 2,6%. Otros componentes discretionales incluyen tintes fluorescentes o abrillantadores ópticos, agentes suspensores, perfumes, colorantes o pigmentos o tintes dispersables en agua, etc., que se encuentran generalmente presentes en una pequeña proporción, de hasta el 1% en peso, aproximadamente.

25 En la preparación de las tabletas de la invención, los componentes se mezclan entre sí hasta que se obtenga una mezcla uniforme. Preferiblemente, el cáustico se combina con una solución acuosa y la solución con el cáustico se

30



5 pulveriza en un tambor giratorio con fosfato pulverizado y -
detergente en aquel. La mezcla aglomerada es ordinariamente
cernida. Luego se comprime la mezcla en tabletas con cual-
quier forma deseada, por ejemplo cilíndrica. Las tabletas -
10 comprimidas pueden tratarse seguidamente humedeciendo la su-
perficie de las mismas con el 0,1 al 0,4% en peso de agua. -
Entra también en el ámbito de la presente invención enfriar
las tabletas comprimidas, con o sin anterior humedecimiento
superficial, para acelerar el fortalecimiento de las table-
tas. El enfriamiento puede realizarse exponiendo las table-
tas a aire frío sustancialmente en reposo o en movimiento, a
una temperatura no superior a 45°F. (7,22°C.) aproximadamen-
te, durante 5 minutos por lo menos.

15 Es también ventajoso en esta invención comprimir --
con troqueles giratorios. Esto efectuará unas fuerzas com-
presivas que giran alrededor del eje de compresión respecto
a la tableta. La rotación deberá ser suficiente para propor-
cionar una fuerza cortante sobre las caras de la tableta a -
fin de impedir la adherencia de la mezcla que se está compri-
miendo al troquel. La mezcla de esta invención con el cáus-
20 tico en la misma tiene una mayor tendencia a adherirse a los
troqueles cuando se está comprimiendo en tabletas. Por con-
siguiente, el empleo de troqueles giratorios facilita la pro-
ducción, puesto que los troqueles no tienen que limpiarse --
25 con tanta frecuencia. El procedimiento detallado de empleo
de troqueles giratorios para formar tabletas comprimidas se
describe en la patente norteamericana Nº 3.081.267. Emplean-
do la cantidad y concentración críticas de cáustico en la ta-
30 bleta, el desarrollo cristalino tiene lugar en aquella en -
todas las direcciones, formando cristales a modo de placas.-



La presencia de estos cristales no ejercen un efecto adverso sobre la solidez inicial de las tabletas comprimidas ni sobre la solubilidad de las tabletas en agua.

5 Cuando la mezcla se aglomera de acuerdo con el preferido procedimiento, los resultantes gránulos son cernidos pasándolos a través de una criba de 8 a 10 mallas.

Después de que los componentes han sido mezclados conjuntamente, con o sin aglomeración y cernido, la resultante mezcla uniforme se comprime en la forma de las tabletas. La forma final puede ser cualquiera adecuada, tal como cilíndrica, exagonal, cuadrada, cilíndrica con caras truncadas, etc. El grado de presión necesario para comprimir la mezcla en forma de tableta variará naturalmente con la naturaleza, estado físico, cantidades totales y cantidades relativas de los componentes presentes en la mezcla. Sin embargo, en general, la mezcla se comprime en tabletas a una presión que oscila entre 200 y 5000 libras por pulgada cuadrada (14,06 kgs./cm² y 351,5 kgs./cm²) y ordinariamente a una presión de 500 a 1500 lpc. (31,15 kgs/cm² a 105,45 kgs./cm²).

20 Las resultantes tabletas o pastillas pueden tratarse ulteriormente, si se desea, para mejorar sus propiedades. Así, la superficie de las tabletas puede humedecerse con el 0,1 al 0,4% en peso de agua. El agua puede presentar la forma de vapor, pulverización o atmósfera húmeda. El humedecimiento de la superficie de la tableta no cambia apreciablemente la resistencia a las fracturas de las tabletas, sino que incrementa la dureza superficial, la resistencia a la abrasión y la suavidad superficial de las tabletas. La cantidad de agua empleada en el humedecimiento de la superficie de las tabletas es crítica, porque el empleo del 0,5% o más



5 en peso de agua sobre las superficies de aquella hace que -
tal superficie se dilate y se separe del cuerpo de las table-
tas, formando así una cápsula muy frágil. Esta cápsula se -
agrieta y desconcha con gran facilidad separándose de la ta-
10 bleta y dejando un núcleo de ésta sin tratar, que generalmen-
te carece de la suficiente resistencia a la abrasión. Esto
no disminuye la fragilidad, sino que la incrementa. Además,
el uso del 0,5% o más en peso de agua en el tratamiento de
humedecimiento superficial puede causar también la aparición
de protuberancias antiestéticas en la superficie de las ta-
15 bletas.

Cuando se emplea el humedecimiento superficial, las
pastillas son envejecidas durante un tiempo de hasta 8 horas
o más después del tratamiento de humedecimiento para endure-
15 cer la superficie de aquellas. Este envejecimiento puede --
realizarse a temperaturas ambientes o superiores, aunque la tem-
peratura de envejecimiento no deberá ser tan elevada que - -
ejerza un efecto nocivo sobre cualquiera de los componentes
de la tableta, tal como cualquier perfume que pudiera hallar
20 se presente en la misma.

Cuando se emplea un silicato para inhibir las pérdi-
das, el mezclado se efectúa añadiendo el detergente al fosfa-
to y agregando luego el detergente al fosfato y luego añadien-
do el silicato a aquél. Cuando se desean tabletas moteadas
25 en lugar de tabletas uniformemente coloreadas, el colorante
o pigmento o tinte dispersable en agua se añade al silicato
(en lugar de al detergente) antes de agregar el silicato al
detergente y al fosfato. Este mezclado puede conseguirse fá-
cilmente en una mezcladora giratoria. Es preferible que uno
30 o más de los componentes de la mezcla se encuentre en estado



líquido o pastoso a fin de facilitar la aglomeración.

5 La invención proporciona una tableta detergente sustancialmente exenta de indeseables cristales aciculares, evidenciado por su solidez (frescura) inicial relativamente elevada después de comprimirse y por su capacidad de disolución en agua en menos de 1,5 minutos aproximadamente, bajo las habituales condiciones de funcionamiento de las máquinas lavadoras domésticas. La tableta de la invención posee los requeridos cristales en forma de placas, evidenciado por el hecho de que la mezcla, antes de su compresión a una tableta, no es pulposa.

10 La invención proporciona también un método de prevención de la formación de indeseables cristales en forma de agujas mediante tratamiento del fosfato con un 4% por lo menos de cáustico, tal como hidróxido sódico. A fin de proporcionar la requerida concentración del 23,5% como NaOH, se emplea con el cáustico aproximadamente del 4 al 26% de agua, basado en el peso del fosfato. Los siguientes ejemplos se ofrecen a modo de ilustración de esta invención. Salvo indicación en contrario, todas las partes y porcentajes en la descripción y las reivindicaciones se basan en el peso.

EJEMPLO 1.

25 Se prepararon tabletas detergentes con las formulaciones indicadas en la tabla I. Tal preparación se realizó incorporando fosfato pulverizado y sulfato sódico en un tambor giratorio. Luego se pulverizó en el tambor una primera mezcla líquida de un condensado de un mol de fenol dodecílico y 10 moles de óxido etilénico y Pluronic F-68, durante un periodo de 8 a 10 minutos. Seguidamente, se pulverizó en el tambor una segunda mezcla líquida del hidróxido sódico, sili



5 cato y agua durante un periodo de 8 a 10 minutos para aglo-
merar las partículas situadas en aquel. Los gránulos aglo-
merados fueron cernidos pasándolos a través de una criba de
8 a 10 mallas. Los gránulos cribados fueron comprimidos lue-
go en un troquel de una prensa Stokes Duplex a una presión -
de 500 lpc ($31,15 \text{ kgs/cm}^2$) aproximadamente, para formar ta-
bletas.

10 La solidez inicial (frescura) de las tabletas después
de su compresión se determinó mediante el ensayo de resisten-
cia a las fracturas; este ensayo consistió en colocar una -
tableta de canto sobre una escala de resorte y presionar lue-
go con una palanca hacia abajo sobre la tableta hasta que se
fracturase. La resistencia a las fracturas de las tabletas
después de que fueron enfriadas y almacenadas durante 24 ho-
ras, se determinó igualmente. Los resultados de estos ensa-
15 yos se indican también en la tabla I.

TABLA I

| | <u>Ingredientes</u> | <u>Formulaciones (% en peso)</u> | |
|----|---|----------------------------------|------------|
| | | <u>1</u> | <u>2</u> |
| 20 | Condensado 1 dodecilfenol/10 E.O. | 4,5 | 4,5 |
| | Pluronic F-68 | 5,0 | 5,0 |
| | Tripolifosfato pentasódico, tipo I | 60,0 | 60,0 |
| | Sólidos de silicato sódico ($\text{Na}_2\text{O} \cdot 2,4 \text{ SiO}_2$) | 6,5 | 6,5 |
| | NaOH (100%) | --- | 0,3 |
| 25 | Sulfato sódico | 16,0 | 15,7 |
| | Agua | <u>8,0</u> | <u>8,0</u> |
| | | 100,0 | 100,0 |
| | <u>Cálculos</u> | | |
| 30 | Na_2O equivalente a silicato más caústico (%) | 1,90 | 1,90 |

3-7714

- 15 -

30 DIC



TABLA I (continuación)

| | <u>1</u> | <u>2</u> | |
|----|--|----------|-------|
| | NaOH equivalente a silicato más | | |
| | | | |
| | cáustico (%) | 2,45 | 2,75 |
| 5 | H ₂ O en silicato (%) | 7,45 | 7,45 |
| | H ₂ O añadido como agua (%) | 0,55 | 0,55 |
| | Total de H ₂ O añadido (%) | 8,0 | 8,0 |
| | Total de Na ₂ O en agua (%) | 19,2 | 21,0 |
| | Total de NaOH en agua (%) | 23,4 | 25,6 |
| 10 | <u>Resultados</u> | | |
| | Solidez, en fresco (libras) | 2,75 | 4,0 |
| | " " " (kilogramos) | 1,247 | 1,81 |
| | Solidez al cabo de 24 horas | | |
| | (libras) | 17 | 59 |
| 15 | Solidez al cabo de 24 horas | | |
| | (kilogramos) | 7,71 | 26,76 |

Este ejemplo demuestra que una tableta que contiene un fosfato y un detergente puede tener una solidez inicial relativamente baja después de su compresión. Esto se debe a la presencia de indeseables cristales aciculares en las tabletas.

Incorporando una cantidad y concentración críticas de cáustico en la tableta, se forma sin embargo un producto que tiene una solidez inicial relativamente elevada después de su compresión. Esto se debe a la presencia de deseables cristales en forma de placas en el mismo.

EJEMPLO II

Se prepararon tabletas de manera similar a la descrita para el ejemplo I con las formulaciones enumeradas en la Tabla II. La carboximetilcelulosa sódica se añadió inicialmente al tambor con el fosfato y el sulfato pulverizados.

La resistencia inicial a las fracturas de las table



tas comprimidas y la resistencia a las fracturas al cabo de 24 horas se determinaron como en el ejemplo I. Estas resistencias se indican también en la tabla II.

TABLA II

| 5 | <u>Ingredientes</u> | <u>Formulaciones</u> | | | | |
|----|--|----------------------|-------------|-------------|-------------|-------------|
| | | <u>1</u> | <u>2</u> | <u>3</u> | <u>4</u> | <u>5</u> |
| | Condensado 1 fenol dodecílico/10 E.O. | - | - | 4,5 | - | - |
| | Pluronic F-68 | - | - | 5,0 | - | - |
| 10 | Tripolifosfato pentasódico (a) | 60,0 | 59,9 | 59,8 | 59,8 | 59,7 |
| | Sólidos de silicatos sódicos (b) | - | - | 6,5 | - | - |
| | Sulfato sódico | 14,8 | 14,8 | 14,8 | 14,7 | 14,7 |
| | Carboximetilcelulosa sódica | - | - | 0,56 | - | - |
| 15 | NaOH (añadido) | - | 0,07 | 0,14 | 0,21 | 0,28 |
| | Agua (más varios) | <u>8,64</u> | <u>8,67</u> | <u>8,70</u> | <u>8,73</u> | <u>8,76</u> |
| | | 100,0 | 100,0 | 100,0 | 100,0 | 100,0 |
| | <u>Cálculos</u> | | | | | |
| | Formulación peso en libras (c) | 3500 | 3504,9 | 3509,8 | 3514,7 | 3519,6 |
| 20 | Id. Id. en kilogramos | 1587,60 | 1589,82 | 1592,05 | 1594,72 | 1596,49 |
| | Na ₂ O calculado a partir del silicato añadido (libras) | 66,88 | 66,88 | 66,88 | 66,88 | 66,88 |
| | Id. Id. (kilogramos) | 30,34 | 30,34 | 30,34 | 30,34 | 30,34 |
| 25 | NaOH calculado a partir del silicato añadido (libras) | 86,30 | 86,30 | 86,30 | 86,30 | 86,30 |
| | Id. Id. (kilogramos) | 39,14 | 39,14 | 39,14 | 39,14 | 39,14 |
| | Na ₂ O calculado a partir de sosa cáustica (libras) | 0 | 1,90 | 3,8 | 5,70 | 7,6 |
| | Id. Id. (kilogramos) | | 0,86 | 1,72 | 2,58 | 3,44 |
| 30 | NaOH calculado a partir de sosa cáustica (libras) | 0 | 2,45 | 4,9 | 7,35 | 9,8 |
| | Id. Id. (kilogramos) | | 1,11 | 2,22 | 3,33 | 4,44 |



TABLA II (continuación)

| | <u>1</u> | <u>2</u> | <u>3</u> | <u>4</u> | <u>5</u> |
|--|----------|----------|----------|----------|----------|
| H ₂ O añadido con silicato (libras) | 26,07 | 26,07 | 26,07 | 26,07 | 26,07 |
| 5 Id. Id. (kilogramos) | 12,10 | 12,10 | 12,10 | 12,10 | 12,10 |
| H ₂ O añadido como agua (libras) | 30 | 30 | 30 | 30 | 30 |
| Id. Id. (kilogramos) | 13,61 | 13,61 | 13,61 | 13,61 | 13,61 |
| H ₂ O añadido con sosa cáustica (libras) | 0 | 2,45 | 4,9 | 7,35 | 9,8 |
| 10 Id. Id. (kilogramos) | | 1,11 | 2,22 | 3,33 | 4,44 |
| Total de Na ₂ O en agua (%) | 18,8 | 19,0 | 19,3 | 19,6 | 19,9 |
| Total de NaOH en agua (%) | 23,0 | 23,3 | 23,6 | 23,9 | 24,2 |
| Total de agua (libras) | 298,1 | 300,55 | 303,0 | 305,45 | 307,9 |
| 15 Id. Id. (kilogramos) | 135,21 | 136,33 | 137,44 | 138,55 | 139,66 |
| Na ₂ O en silicato + cáustico (total base formulación, %) | 1,91 | 1,96 | 2,01 | 2,06 | 2,12 |
| <u>Resultados</u> | | | | | |
| Solidez, en fresco (libras) | 2,2 | 2,3 | 2,7 | 2,8 | 3,5 |
| 20 Id. Id. (kilogramos) | 0,99 | 1,04 | 1,22 | 1,27 | 1,58 |
| Solidez al cabo de 24 horas (libras) | 22 | 25 | 23 | 23 | 23 |
| Id. Id. (kilogramos) | 9,98 | 11,34 | 10,43 | 10,43 | 10,43 |
| (a) Tipo I; 20% Forma I, 80% Forma II. | | | | | |
| 25 (b) Basado en la adición del 6,5% de sólidos silicatos Ru; el silicato Ru es una solución de silicato en la que un 13,7% es Na ₂ O, un 32,9% es SiO ₂ y un 53,4% es agua; Na ₂ O. 2,4 SiO ₂ . | | | | | |
| 30 (c) Las 30 libras (13,61 kgs.) de agua de cada formulación se considera como cantidad extra de agua para compensar | | | | | |

307714 30 DIC



la evaporación y no se incluye en el peso de la formulación.

5

Una tableta con una solidez inicial relativamente baja después de la compresión puede proporcionarse con un fosfato y un detergente, indicando indeseables cristales aciculares en la misma. Empleando una cantidad y concentración críticas de cáustico, es decir entre el 0,48 y el 2,6% de equivalentes de Na₂O con una concentración del 23,5% por lo menos como NaOH, se forma una tableta con una solidez inicial relativamente elevada después de la compresión, indicando deseables cristales en forma de placas en la tableta.

10

EJEMPLO III

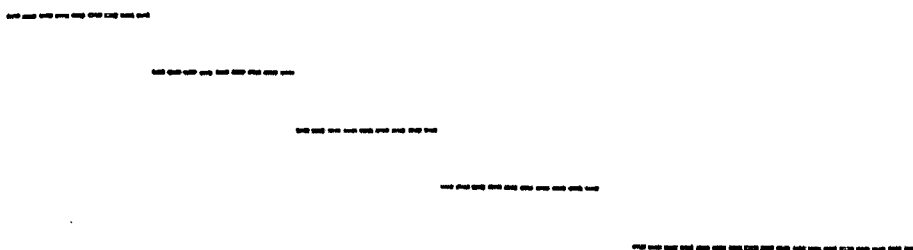
15

Empleando la formulación mostrada en la tabla III, se intentó establecer tabletas detergentes siguiendo el procedimiento del ejemplo II. El perfume fue pulverizado en el tambor con los detergentes no iónicos usados en el ejemplo I. El tinte y el colorante se pulverizaron en el tambor con el silicato, agua y cáustico. Sin embargo, los aglomerados de aquellos eran demasiado blandos y pulposos y no pudieron comprimirse efectivamente en tabletas. Así, una cantidad de cáustico superior a la cantidad crítica especificada impide la formación de deseables cristales en forma de placas y ejerce un efecto adverso sobre la solidez de las tabletas.

20

25

30





307714

30 DIC

TABLA III

| | <u>Ingredientes</u> | <u>Formulación</u> | |
|----|---|--------------------|-------------------|
| | | <u>libras</u> | <u>kilogramos</u> |
| | Tripolifosfato pentasódico, tipo I | 2100,000 | 952,56 |
| 5 | Sulfato sódico | 518,000 | 234,96 |
| | Carboximetilcelulosa sódica | 26,100 | 11,83 |
| | Condensado de 1 fenol dodecílico/ 10 E.O. | 157,200 | 72,11 |
| | Pluronic F-68 | 174,600 | 79,20 |
| | Tinte fluorescente | 7,000 | 3,18 |
| 10 | Solución de silicato sódico con 46,6% sólidos (Na ₂ O. 2,4 SiO ₂) | 487,000 | 220,90 |
| | Colorante | 0,042 | 0,019 |
| | Perfume | 3,950 | 1,79 |
| | NaOH (50%) | 88,500 | 40,14 |
| 15 | | <u>3562,392</u> | <u>1616,89</u> |
| | <u>Cálculos</u> | | |
| | Na ₂ O calculado a partir del sili- cato (libras) | 66,7 | |
| | Id. Id. (kilogramos) | 30,25 | |
| 20 | Na ₂ O calculado a partir del cáus- tico (libras) | 34,3 | |
| | Id. Id. (kilogramos) | 15,56 | |
| | Agua añadida con silicato (libras) | 260,1 | |
| | Id. Id. (kilogramos) | 117,97 | |
| | Agua añadida con cáustico (libras) | 44,3 | |
| 25 | Id. Id. (kilogramos) | 20,09 | |
| | NaOH calculado a partir de silicato y cáustico (libras) | 130,3 | |
| | Id. Id. (kilogramos) | 59,10 | |
| | Na ₂ O en agua (%) | 24,9 | |
| | NaOH en agua (%) | 30,0 | |
| 30 | Na ₂ O en silicato + cáustico (total base formulación,%) | 2,8 | |

307714



TABLA IV (continuación)

| | <u>1</u> | <u>2</u> | <u>3</u> |
|--|----------|----------|----------|
| Total Na ₂ O en agua (%) | 18,7 | 19,3 | 19,9 |
| Total NaOH en agua (%) | 22,9 | 23,6 | 24,2 |
| 5 Na ₂ O en silicato + cáustico (tótal base formulación %) | 1,91 | 2,02 | 2,13 |
| <u>Resultados</u> | | | |
| Solidez, en fresco (libras) | 3,4 | 4,6 | 5,4 |
| Id. Id. (kilogramos) | 1,54 | 2,08 | 2,44 |
| 10 Solidez al cabo de 24 horas (libras) | 24,4 | 27,5 | 29,4 |
| Id. Id. (kilogramos) | 11,06 | 12,47 | 13,33 |

De nuevo, los resultados muestran que una tableta con una solidez inicial relativamente elevada después de la compresión, se forma empleando una cantidad y concentración críticas de cáustico.

Las tabletas de las formulaciones II y III del ejemplo IV se ensayaron también para determinar su ritmo de desintegración y solubilización. Se colocaron las tabletas, 40 cada vez, en una máquina lavadora y se agitaron con agua a 100°F. (37,78°C.) durante 90 segundos. Casi todas las tabletas se habían desintegrado y disuelto por completo al cabo de este periodo de tiempo.

Además de tener una solidez inicial relativamente elevada, una tableta detergente de esta invención, como se muestra en el ejemplo IV, se desintegra rápidamente en agua.

En resumen, la Patente de Invención que se solicita recaerá sobre las siguientes:

- REIVINDICACIONES -

1. Un procedimiento para preparar una tableta detergente, caracterizado porque un detergente sintético, un fos-



fato, un material alcalino en la cantidad de 0,48 a 2,6% (expresado como Na_2O basado en el peso total de la tableta) y agua en suficiente cantidad para efectuar una concentración de material alcalino en el agua del 23,5% por lo menos (expresado como NaOH) son mezclados y comprimidos en forma de tableta.

5

2. Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el detergente sintético es no iónico, aniónico o una mezcla de ambos y, preferiblemente, no iónico.

10

3. Un procedimiento según la reivindicación 1 ó 2, caracterizado porque el detergente sintético se encuentra presente en una cantidad del 4 al 13% de peso y, preferiblemente, del 9 al 12%.

15

4. Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el fosfato es tripolifosfato pentasódico.

20

5. Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el fosfato está presente en una cantidad de 5 a 95% por peso y, preferiblemente, del 40 al 70%.

25

6. Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el material alcalino es silicato sódico, preferiblemente, de la fórmula $\text{Na}_2\text{O} \cdot 2.4 \text{SiO}_2$.

30

7. Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la superficie de las tabletas comprimidas es humedecida con 0,1 al 0,4% por peso de agua.

8. Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque una sal acumula-

307714

27



dora, preferiblemente un sulfato, carbonato y/o silicato metálico alcalinos se incluye en la mezcla que ha de combinarse.

5

9. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la patente de invención que se solicita: "UN PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR UNA TABLETA DETERGENTE".

Todo tal y conforme se describe y reivindica en la presente Memoria descriptiva que consta de veintitrés páginas mecanografiadas.

10

Madrid, 30 de diciembre de 1964

ALFONSO UNGRIA

P.P.