

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 1 179 042 B1

(12)

EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des
Hinweises auf die Patenterteilung:

10.12.2003 Patentblatt 2003/50

(51) Int Cl.7: **C11D 17/00**, A61J 3/10

(86) Internationale Anmeldenummer:

PCT/EP00/04478

(21) Anmeldenummer: **00929538.7**

(87) Internationale Veröffentlichungsnummer:

WO 00/070008 (23.11.2000 Gazette 2000/47)

(22) Anmeldetag: **17.05.2000**

(54) **VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG EINER MEHRSCHICHTIGEN TABLETTE**

METHOD OF PRODUCING A MULTI-LAYER TABLET

PROCEDE DE PRODUCTION D'UNE PASTILLE A PLUSIEURS COUCHES

(84) Benannte Vertragsstaaten:

**AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU
MC NL PT SE**

(30) Priorität: **17.05.1999 DE 19922578**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:

13.02.2002 Patentblatt 2002/07

(73) Patentinhaber: **Reckitt Benckiser N.V.**

2132 NZ Hoofddorp (NL)

(72) Erfinder:

- **HÖFLINGER, Wilfried**
D-69198 Schriesheim (DE)

- **GERET, Laurence**
D-67069 Ludwigshafen (DE)

- **SANDMANN, Brigitte**
D-69115 heidelberg (DE)

- **WIEDEMANN, Ralf**
D-64347 Griesheim (DE)

(74) Vertreter: **Brown, Andrew Stephen**

**Reckitt Benckiser plc,
Group Patents Department,
Dansom Lane
Hull HU8 7DS (GB)**

(56) Entgegenhaltungen:

EP-A- 0 979 866

WO-A-98/55590

DE-U- 29 911 486

US-A- 4 460 490

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist. (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

EP 1 179 042 B1

Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung einer Tablette, insbesondere einer Reinigungsmitteltablette, mit wenigstens einer ersten und einer zweiten Schicht, sowie ein danach herstellbares Produkt.

[0002] Im Bereich der Wasch- und Reinigungsmittel, Wasserenthärter, Waschverstärker, Geschirrspülmittel, Desinfektionsmittel, Entkalker, etc. haben sich in den letzten Jahren Tabletten als eine einfach zu dosierende und einfach zu handhabende Darreichungsform im Markt etabliert.

[0003] Dabei sind zunehmend auch zweischichtige Tabletten anzutreffen, bei denen eine unterschiedliche Verteilung von Inhaltsstoffen in den beiden Schichten vorliegt, zum einen um miteinander nicht-kompatible Inhaltsstoffe bis zum Einsatz der Tablette voneinander zu trennen, zum anderen um unterschiedliche Freisetzungsprofile von Inhaltsstoffen zu realisieren.

[0004] Diese Tabletten werden in ähnlichen Pressen hergestellt wie einschichtige Tabletten, wobei allerdings Modifikationen vorgenommen werden müssen. Im Falle einer zweischichtigen Tablette wird üblicherweise zunächst ein erstes Gemisch mit einer ersten Zusammensetzung in eine Form gefüllt und mit einem ersten Druck vorgepreßt. Anschließend wird ein zweites Gemisch mit einer zweiten, unterschiedlichen Zusammensetzung auf die vorgepreßte erste Schicht in der Form gefüllt und die abschließende Pressung bei einem zweiten, üblicherweise höheren Druck durchgeführt.

[0005] Bei Tabletten mit wenigstens zwei Schichten stellt sich das Problem, daß die Verbindung zwischen den einzelnen Schichten ausreichend stabil sein muß, um eine Lösung der Schichten voneinander bei Lagerung und Transport der mehrschichtigen Tabletten zu verhindern. Die Ursachen für das Lösen der Schichten voneinander können vielfältig sein, z.B. unterschiedliche Volumenausdehnungen der einzelnen Schichten. Reaktionen an der Grenzfläche zwischen den Schichten, etc. Es ist daher von essentieller Bedeutung, die Zusammensetzungen der einzelnen Schichten genau aufeinander abzustimmen und die Drücke beim Pressen der einzelnen Schichten genau einzustellen. Die Entwicklung und Herstellung stabiler mehrschichtiger Tabletten ist daher zeit- und kostenaufwendig sowie empfindlich gegenüber der Veränderung von internen und externen Parametern im Prozeß.

[0006] Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, das bekannte Verfahren dahingehend weiterzubilden, daß die Herstellung stabilerer mehrschichtiger Tabletten ermöglicht wird, bei denen in weit geringerem Umfang eine Lösung der einzelnen Schichten voneinander auftritt.

[0007] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung einer Tablette, insbesondere einer Reinigungsmitteltablette, mit wenigstens einer ersten und einer zweiten Schicht, umfassend die folgenden Schritte a) Einbringen einer ersten abgemessenen Menge einer ersten teilchenförmigen Zusammensetzung in eine Formvertiefung einer Tablettenpresse; b) Pressen der ersten abgemessenen Menge mit einem ersten Preßdruck mittels eines Preßstempels, der auf seiner Preßfläche mindestens eine Vorwölbung aufweist, um eine erste gepreßte Schicht herzustellen, die in ihrer oberen Fläche eine der (den) Vorwölbung(en) auf dem Preßstempel entsprechende Vertiefung(en) aufweist; c) Einbringen einer zweiten abgemessenen Menge einer zweiten teilchenförmigen Zusammensetzung auf die erste gepreßte Schicht in der Formvertiefung der Tablettenpresse; und d) Pressen der zweiten abgemessenen Menge mit einem zweiten Preßdruck mittels des Preßstempel, um eine zweite gepreßte Schicht mit einer entsprechenden Vertiefung(en) in ihrer oberen Fläche herzustellen, sowie danach herstellbares Produkt.

[0008] In einer besonderen Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens werden für die Herstellung einer dritten und ggf. weiterer Schichten die Schritte (c) und (d) jeweils wiederholt.

[0009] Die beim erfindungsgemäßen Verfahren in der obersten Schicht der Tablette entstehende(n) Vertiefung(en) wird (werden) bevorzugt verfüllt.

[0010] Des weiteren betrifft die Erfindung eine mehrschichtige Tablette, insbesondere eine Reinigungsmitteltablette, die unter Verwendung des durch die Erfindung vorgeschlagenen Verfahrens hergestellt werden kann.

[0011] Somit wird gemäß einem zweiten Aspekt der Erfindung eine Tablette mit mindestens einer ersten verpreßten Schicht und einer darüber angeordneten zweiten verpreßten Schicht bereitgestellt, dadurch gekennzeichnet, daß die erste Schicht in der Fläche, an der die zweite Schicht befestigt ist, eine Vertiefung aufweist, wobei die zweite Schicht eine zu der Vertiefung komplementäre Vorwölbung aufweist, die in die Vertiefung eingreift, wobei die Oberseite der zweiten Schicht eine zu der Vorwölbung komplementäre Vertiefung umfaßt.

[0012] Überraschenderweise hat sich herausgestellt, daß das durch die Erfindung vorgeschlagene Verfahren ein einfaches Mittel zur Verstärkung der Verbindung zwischen den einzelnen Schichten einer mehrschichtigen Tablette bietet, so daß ein Lösen der Schichten voneinander bei Lagerung und Transport deutlich seltener auftritt und die Tablette in dieser Hinsicht unempfindlicher gegenüber Schwankungen interner (zum Beispiel Zusammensetzung der einzelnen Schichten) und externer (zum Beispiel Preßdrücke, Temperaturen, Luftfeuchte) Parameter beim Herstellungsprozeß ist. Ohne hier an eine bestimmte Theorie zur Erklärung dieses Phänomens gebunden sein zu wollen, wird vermutet, daß diese festeren Verbindungen zwischen den einzelnen Schichten der Tablette zumindest teilweise in einer stärkeren "Verzahnung" der Schichten begründet sind, wie dies durch die nachfolgende Beschreibung der Zeichnung noch deutlicher werden wird. Demgemäß ist es bei Verwendung des durch die Erfindung vorgeschlagenen

Verfahrens möglich, bisher verwendete Preßdrücke zu verringern und gleichzeitig eine ebenso gute Verbindung zwischen den einzelnen Schichten zu erzielen wie bisher.

[0013] Weitere Vorteile und Merkmale der Erfindung ergeben sich aus der nachfolgenden Beschreibung der Zeichnung. Die einzige Zeichnung zeigt eine Ausführungsform der Erfindung im Querschnitt als zweischichtige Tablette mit einem in einer Vertiefung in der obersten Schicht fixierten Formkörper.

[0014] Für die Zwecke des durch die Erfindung vorgeschlagenen Verfahrens wird zunächst die untere Schicht 10 der Tablette 1 dadurch hergestellt, daß eine erste abgemessene Menge einer ersten teilchenförmigen Zusammensetzung in eine Formvertiefung einer Tablettenpresse gegeben und dort mit einem ersten Preßdruck mittels eines Preßstempels gepreßt wird, der auf seiner Preßfläche eine Ausbauchung aufweist, die zu der dadurch in der obersten Fläche 11 der unteren Schicht 10 der Tablette 1 hergestellten Vertiefung 12 im wesentlichen komplementär ausgebildet ist.

[0015] Dann wird auf die erste gepreßte Schicht 10 eine zweite abgemessene Menge einer zweiten teilchenförmigen Zusammensetzung (die üblicherweise von der ersten teilchenförmigen Zusammensetzung verschieden ist) in die Formvertiefung der Tablettenpresse gegeben und mit einem zweiten Preßdruck (der üblicherweise höher als der erste Preßdruck ist) mittels des Preßstempels die zweite Schicht der Tablette 20 gepreßt. Folglich werden die beiden Tablettenschichten 10 und 20 nicht nur entlang der horizontalen Grenzschicht gegeneinander gepreßt, sondern insbesondere auch in der...

[0016] Vertiefung 12 der unteren Schicht 10, wodurch auch seitlich gerichtete Preßkräfte entstehen, die zweite Zusammensetzung also besonders stark und fest in die Vertiefung 12 der unteren Schicht 10 hineingedrückt wird.

[0017] Ein merkbarer Effekt der Verstärkung der Verbindung zwischen den beiden Schichten durch die Verzahnung zwischen der Vertiefung 12 der unteren Schicht 10 und der Vorwölbung 22 der oberen Schicht 20 und die stärkere Verbindung der Schichten in diesem Bereich ist bereits bei Verwendung eines Preßstempels mit nur einer Vorwölbung deutlich feststellbar. Selbstverständlich ist es möglich, diesen Effekt durch das Vorsehen mehrerer Vorwölbungen im Preßstempel ggf. noch zu verstärken. Die Preßdrücke können so belassen werden, wie es für die Herstellung zweischichtiger Tabletten üblich ist, wobei diese Preßdrücke in Abhängigkeit von der Zusammensetzung der einzelnen Schichten stark schwanken können. In den nachfolgenden Beispielen sind Preßdrücke für konkrete Zusammensetzungen angegeben.

[0018] Die durch das erfindungsgemäße Herstellungsverfahren auf der Oberseite 23 der oberen Schicht 20 entstehenden Vertiefungen 24 können so belassen werden oder vorzugsweise mit einem weiteren Material verfüllt werden, das gleichzeitig auch noch weitere Funktionen beim Einsatz der Tabletten übernehmen kann. In der dargestellten Ausführungsform ist ein Formkörper 30 in der (zumindest in ihrem unteren Teil) komplementär ausgebildeten Vertiefung 24 in geeigneter Weise, bspw. durch einen Kleber, fixiert. Dabei weist der Formkörper 30 der dargestellten Ausführungsform einen Kern 31 und eine zusätzliche Schutzumhüllung 32 auf, um ihn z.B. während der Lagerung zu schützen und bei Gebrauch die Freisetzung der Inhaltsstoffe des Kern 31 zu steuern.

[0019] Die Zusammensetzungen der Tablette bzw. Formkörper können je nach Einsatz in breitem Umfang variieren. Verschiedene Möglichkeiten im bevorzugten Einsatzbereich sind in den folgenden Beispielen dargestellt.

[0020] Die Zusammensetzungen der Tabletten in den Beispielen 1 bis 7 repräsentieren Geschirrspülmittelzusammensetzungen, wobei bei den Tabletten der Beispiele 2 bis 7 die Vertiefungen in der Oberseite der obersten Schicht mit verschiedenen Formkörpern verfüllt sind. Beispiel 8 beschreibt eine Waschverstärkertablette und eine Waschmitteltablette.

[0021] Weitere Einsatzbereiche für mehrschichtige Tabletten - nicht nur im Bereich von Reinigungsmitteln - sind aber denkbar. Dabei kann der Fachmann in jedem Falle auf die ihm bekannten oder von ihm entwickelten Rezepturen und Verfahrensweisen zurückgreifen, da er zur Verwirklichung des erfindungsgemäßen Verfahrens lediglich den Preßstempel modifizieren und ggf. Preßdrücke angleichen mußte.

Beispiel 1

[0022] Die folgende Tabelle bezieht sich auf die Zusammensetzung der beiden Schichten einer zweischichtigen Geschirrspülmitteltablette (Gewichtsverhältnis ca. 50 : 50), wobei Schicht 1 die erste (untere) Schicht darstellt, die in Schritt (b) lediglich leicht zusammengedrückt wird (ohne eigentliche Komprimierung), was aber ausreichend ist, um eine glatte Oberfläche mit der entsprechenden Vertiefung in der Oberseite auszubilden. Nach Einfüllen der zweiten Zusammensetzung erfolgt das Pressen der endgültigen Tablette mit einem Preßdruck von ca. 100 kN/cm².

Tablette			
Schicht 1		Schicht 2	
Bestandteil	Gew.-%	Bestandteil	Gew.-%
Natriumtripolyphosphat	48	Natriumtripolyphosphat	50
Natriumcarbonat	24	Natriumcarbonat	24
Natriumperborat	16	TAED	10
Nichtionisches Tensid	5	Nichtionisches Tensid	2
Korrosionsinhibitor (BTA)	0,3	Bleichstabile kaltwasser-aktive Protease	4
		Amylase	
Natriumdisilicat	5	polyacrylat	2
Bindemittel, Parfum, Wasser	ad 100	Bindemittel, Farbstoff, Wasser	4 ad 100
Auflösezeit (40°C) Tablette: 12 min. (+/- 2 min)			

Beispiele 2-7

[0023] Die folgenden Beispiele 2 bis 7 betreffen ebenfalls zweischichtige Geschirrspülmitteltabletten, wobei die Zusammensetzung an einzelnen Schichten der Tablette gegenüber denjenigen von Beispiel 1 (wenn überhaupt) nur geringfügig verändert sind. In den einzelnen Beispielen sind zur Veranschaulichung konkrete Anwendungsbeispiele verschiedener Formkörper beschrieben, die in die bei dem erfindungsgemäßen Verfahren entstehende Vertiefung in der Oberseite der obersten (zweiten) Schicht eingesetzt und bspw. mit Kleber fixiert werden können. Das eigentliche Herstellungsverfahren der Tablette, insbesondere die in Beispiel 1 beschriebenen Preßdrücke, bleiben unverändert.

Beispiel 2

[0024]

Tablette				Formkörper	
Schicht 1		Schicht 2			
Bestandteil	Gew.-%	Bestandteil	Gew.-%	Bestandteil	Gew.-%
Natriumtripolyphosphat	48	Natriumtripolyphosphat	50	Lactose	43
Natriumcarbonat	24	Natriumcarbonat	24	Mikrokristalline Cellulose	18
Natriumperborat	16	TAED	10	Sprengmittel	
Nichtionisches Tensid	5	Nichtionisches Tensid	2	(Polyplasdone)	2
Korrosionsinhibitor (BTA)	0,3	Bleichstabile kaltwasseraktive Protease	4	Phosphonat	6
Natriumdisilicat	5	Bleichstabile Amylase	2	Bleichstabile kaltwasseraktive Protease	25
Bindemittel, Parfum, Wasser	ad 100	Polyacrylat	4	Mg-Stearat	0,5
		Bindemittel, Farbstoff, Wasser	ad 100	Farbstoff	ad 100
Auflösezeit (40°C) Tablette: 12 min. (+/- 2 min)				Auflösezeit (40°C) Formkörper: < 1 min	

[0025] Durch die rasche Auflösezeit des Formkörpers (< 1 min) wird die darin enthaltene Protease schneller freigesetzt als die in der Tablette enthaltene und kann dadurch ihre Wirkung bereits direkt am Anfang des Hauptspülganges entfalten. Durch das Auflösen der Tablette während des Aufwärmeprozesses werden erneut frische Enzyme (Protease und Amylase) in die Spüllauge freigesetzt.

Beispiel 3**[0026]**

Tablette				Formkörper	
Schicht 1		Schicht 2			
Bestandteil	Gew.-%	Bestandteil	Gew.-%	Bestandteil	Gew.-%
Natriumtripolyphosphat	48	Natriumtripolyphosphat	50	Lactose	40
Natriumcarbonat	24	Natriumcarbonat	24	Mikrokristalline Cellulose	18
Natriumperborat	16	TAED	10	Sprengmittel	
Nichtionisches Tensid	5	Nichtionisches Tensid	2	(Polypasdone)	2
Korrosionsinhibitor (BTA)	0,3	Bleichstabile kaltwasseraktive Protease	4	Phosphonat	6
Natriumdisilicat	5	Bleichstabile kaltwasseraktive Amylase	2	Bleichstabile kaltwasseraktive Amylase	13
Bindemittel, Parfum, Wasser	ad 100	Polyacrylat	4	Mg-Stearat	0,5
		Bindemittel, Farbstoff, Wasser	ad 100	Farbstoff	ad 100
Auflösezeit (40°C) Tablette: 12 min. (+/- 2 min)				Auflösezeit (40°C) Formkörper: < 1 min	

[0027] Ähnlich wie Beispiel 1, mit dem Unterschied, daß hier am Anfang des Hauptspülganges sowohl Protease als auch Amylase freigesetzt werden.

Beispiel 4

[0028] Die Tablette entspricht in ihrer Zusammensetzung im wesentlichen derjenigen der Beispiele 1 und 2, mit dem Unterschied, daß in Schicht 2 der Tablette warmwasserstabile Protease bzw. Amylase eingesetzt wird. Die Zusammensetzung des Formkörpers entspricht derjenigen des Formkörpers von Beispiel 2.

[0029] Durch das zeitversetzte Auflösen von Tablette und Formkörper können sich die unterschiedlichen Wirkungsprofile der verschiedenen Protease- und Amylasen optimal entfalten. Der Formkörper setzt am Anfang des Hauptspülganges kaltwasseraktive Protease und Amylase frei. Durch das Auflösen der Tablette während des Aufwärmeprozesses werden bleichstabile warmwasserstabile Enzyme in die Spüllauge freigesetzt.

Beispiel 5**[0030]**

Tablette				Formkörper	
Schicht 1		Schicht 2			
Bestandteil	Gew.-%	Bestandteil	Gew.-%	Bestandteil	Gew.-%
Natriumtripolyphosphat	48	Natriumtripolyphosphat	50	Lactose	43
Natriumcarbonat	24	Natriumcarbonat	24	Mikrokristalline Cellulose	18
Natriumperborat	16	TAED	10	Sprengmittel	
Nichtionisches Tensid	5	Nichtionisches Tensid	2	(Polyplasdone)	2
Korrosionsinhibitor (BTA)	0,3	Bleichstabile Protease	4	Phosphonat	6
Natriumdisilicat	5	Bleichstabile Amylase	2	Lipase	25

EP 1 179 042 B1

(fortgesetzt)

Tablette				Formkörper	
Schicht 1		Schicht 2			
Bestandteil	Gew.-%	Bestandteil	Gew.-%	Bestandteil	Gew.-%
Bindemittel, Parfum, Wasser	ad 100	Polyacrylat	4	Mg-Stearat	0.5
		Bindemittel, Farbstoff, Wasser	ad 100	Farbstoff	ad 100
Auflösezeit (40°C) Tablette: 12 min. (+/- 2 min)				Auflösezeit (40°C) Formkörper: < 1 min	

[0031] Durch dieses Ausführungsform ist eine zeitversetzte Auflösung von in Lösung nicht kompatibler Lipase und Protease möglich.

Beispiel 6

[0032]

Tablette				Formkörper	
Schicht 1		Schicht 2			
Bestandteil	Gew.-%	Bestandteil	Gew.-%	Bestandteil	Gew.-%
Natriumtripolyphosphat	48	Natriumtripolyphosphat	50	Lactose	40
Natriumcarbonat	24	Natriumcarbonat	28	Mikrokristalline Cellulose	18
Natriumperborat	16	TAED	12	Sprengmittel	
Nichtionisches Tensid	5	Nichtionisches Tensid	2	(Polyplasdone)	2
Korrosionsinhibitor	0,3	Polyacrylat	4	Phosphonat	6
Natriumdisilicat	5	Bindemittel, Farbstoff, Wasser	ad 100	Kaltwasseraktive Protease	13
Bindemittel, Parfum, Wasser	ad 100			Kaltwasseraktive Amylase	1.5
				Mg-Stearat	0.5
				Farbstoff	ad 100
Auflösezeit (40°C) Tablette: 12 min. (+/- 2 min)				Auflösezeit (40°C) Formkörper: < 1 min	

[0033] Durch diese Ausführungsform ist eine zeitversetzte Auflösung von in Lösung mit Bleichmitteln nicht kompatiblen Enzymen möglich.

Beispiel 7

[0034]

Tablette				Formkörper	
Schicht 1		Schicht 2			
Bestandteil	Gew.-%	Bestandteil	Gew.-%	Bestandteil	Gew.-%
Natriumtripolyphosphat	58	Natriumtripolyphosphat	55	Mikrokristalline Cellulose	30
Natriumcarbonat	24	Natriumcarbonat	28	Sprengmittel	
Bleichstabile Protease	3	Bleichstabile Amylase	2	(Polyplasdone)	2
Nichtionisches Tensid	5	Nichtionisches Tensid	2	Persäure (Phtalimidoper-	

EP 1 179 042 B1

(fortgesetzt)

Tablette				Formkörper	
Schicht 1		Schicht 2			
Bestandteil	Gew.-%	Bestandteil	Gew.-%	Bestandteil	Gew.-%
Korrosionsinhibitor	0,3	Phosphonat	4	oxycaprinsäure)	60
Natriumdisilicat	5	Polyacrylat	4	Mg-Stearat	0.5
Bindemittel, Parfum, Wasser	ad 100	Bindemittel, Farbstoff, Wasser	ad 100	Farbstoff	ad 100
Auflösezeit (40°C) Tablette: 12 min. (+/- 2 min)				Auflösezeit (40°C) Formkörper: < 1 min	

[0035] Durch die Auflösung des Formkörpers am Anfang des Hauptspülganges kann die freigesetzte Persäure unter den notwendigen sauren Bedingungen wirken. Durch späteres Auflösen der Tablette wird die übliche optimale alkalische Spülbedingung für Protease und Amylase erreicht.

Beispiel 8

[0036] Aus der folgenden Tabelle ergibt sich eine beispielhafte Formulierung für eine zweischichtige Waschverstärktablette. Die erste (untere) Schicht macht dabei gewichtsmäßig ca. 74 % der Gesamttablette aus. während die zweite (obere) Schicht ca. 26 % ausmacht.

Inhaltsstoff	1. (untere) Schicht Gew.-%	2. (obere) Schicht Gew.-%
Natriumpercarbonat	76.00	-
Zitronensäure	5,00	17,50
Mikrokristalline Cellulose	7,00	7,00
Schichtsilicat	5,00	5,00
Enzyme	-	5,00
Natriumbicarbonat	1,50	10,00
TAED	-	50.00
Polyethylenglykol 6000	4,00	4,00
Polyvinylpyrrolidon	1,50	1,50

[0037] Aus der folgenden Tabelle ergibt sich eine beispielhafte Formulierung für eine Waschmitteltablette wobei die beiden Schichten in diesem Falle in einem Gewichtsverhältnis von 70 (untere (1.) Schicht) zu 30 (obere (2.) Schicht) stehen.

Inhaltsstoff	1. Schicht	2. Schicht
Lineare Alkylbenzolsulfonate	12,50	13,00
Seife	1,25	1,20
Alkylsulfat	2,05	3,50
Phosphonat	0,50	1,00
Polymer	2,30	2,30
Zeolith	5,50	6,50
Natriumcarbonat	19,00	17,00
Carboxymethylcellulose	0,30	0,30
Natriumsulfat	3,00	2,74
Natriumsilikat	2,00	1,00
Amorphes Silikat	8,00	13,00
Antischaummittel	0,50	0,30
Disintegrationsmittel	10,00	10,00
Polyethylenglykol	-	1,00
Farbstoff	-	0,01
Protease	-	2,70
Amylase	-	1,70
Percarbonat	30,00	-
TAED	-	18,00
Optische Aufheller	0,30	0,25
Duftstoff	0,30	-
Wasser	2,50	4,50
	100,00	100,00

[0038] Im folgenden werden verschiedene Möglichkeiten für Formkörper beschrieben, die bei der soeben beschriebenen zweischichtigen Waschverstärktablette bzw. Waschmitteltablette zum Einsatz kommen können.

a. Formkörper zur kontrollierten Freisetzung von Säure im Spülgang

[0039] Die Freisetzung einer Säure in den Spülgängen einer Waschmaschine soll sowohl der Entfernung von Inkrustierungen als auch der Neutralisierung von alkalischen Rückständen dienen. Vorteilhafterweise werden für diesen Zweck schwache Säuren eingesetzt, wie bspw. Amidosulfonsäure und/oder Maleinsäure. Üblicherweise handelt es sich bei diesen Materialien um Feststoffe.

[0040] Das Herstellungsverfahren stellt sich wie folgt dar:

[0041] Eine Mischung aus 1,05 g Amidosulfonsäure und 0,45 Maleinsäure werden in einer Rotationspresse unter einem Druck von 890 kg/cm² zu einem Formkörper ausgeformt.

b. Formkörper zur kontrollierten Freisetzung eines Duftstoffes im Spülgang

[0042] Unter Berücksichtigung ähnlicher Erwägungen wie in Beispiel 7a wird ein entsprechender Formkörper wie folgt hergestellt:

[0043] 0,1975 g Duftstoff werden auf 0,0525 g feinverteilte Kieselsäure absorbiert, um ein freifließendes körniges Material zu ergeben. Die resultierenden 0,25 g werden mit 0,6 g mikrokristalliner Cellulose und 0,15 g quervernetztem Polyvinylpyrrolidon vermischt. Die Mischung wird in einer Rundpresse mit einem Innendurchmesser von 10 mm unter einem Druck von 2900 kg/cm² tablettiert, um einen elliptischen Formkörper mit einer Höhe von 13,1 mm und einem Gewicht von ca. 1 g zu ergeben.

c. Formkörper zur kontrollierten Freisetzung von Chlorbleiche im Spülgang

[0044] Der Einsatz von Chlorbleiche im Spülgang einer Waschmaschine dient der Verbesserung der Reinigungswirkung und entfaltet gleichzeitig eine zusätzliche Desinfektionswirkung.

[0045] Unter Berücksichtigung der Erwägungen in den Beispielen 7a und 7b können derartige Formkörper wie folgt hergestellt werden:

[0046] 1 g Chlorbleiche, z.B. reines Natriumdichlorisocyanurat, kann in einer geeigneten Presse unter einem Druck

von 5.600 kg/cm² zu einem Formkörper verpreßt werden.

d. Formkörper zur kontrollierten Freisetzung einer Gewebekonditionierungsaktivität im Spülgang

5 **[0047]** Im vorliegenden Beispiel umfaßt der Formkörper mehrere Substanzen, die im Spülgang einer Waschmaschine ihre jeweiligen Wirkungen entfalten sollen. Im konkreten Fall handelt es sich um die Kombination eines Weichspülers, eines Mittels zur Verringerung des Aufbaus statischer Elektrizität im Gewebe und eines Mittels zur Verbesserung der erneuten Feuchtigkeitsaufnahme durch das Gewebe.

10 **[0048]** Eine Aufschlammung aus 58 % Harnstoff, 18 % Dimethyldistearylammoniumchlorid (DMDSAC) (90 %), 8 % eines C₉₋₁₁-Alkohols, ethoxyliert mit 9 Mol Ethylenoxid, und 16 % Wasser wurde hergestellt. Die Aufschlammung wurde sprühgetrocknet, um ein körniges Material mit einer Dichte von 580 g/l und der folgenden Zusammensetzung zu erhalten: 68,8 Gew.-% Harnstoff, 19,2 Gew.-% DMDSAC, 9,5 Gew.-% nicht-ionisches Tensid und 2,5 Gew.-% Wasser.

15 **[0049]** 4 g der körnigen Zusammensetzung wurden mit 1 g Cellulose vermischt. Die Mischung wurde in einer Rundpresse mit einem Innendurchmesser von 25 mm und einem Druck von 80 kg/cm² tablettiert, um einen elliptischen Formkörper mit einer Höhe von 14 mm und einem Gewicht von 5 g zu erhalten.

[0050] Stabilitätstests, bei denen insbesondere die mechanische Beanspruchung während eines Transports simuliert werden, haben eine meßbar bessere Stabilität der gemäß den Beispielen hergestellten Tabletten ergeben, wenn diese mit denselben Preßdrücken hergestellt werden, wie sie üblicherweise für die Herstellung von zweischichtigen Tabletten verwendet werden.

20 **[0051]** Die in der vorstehenden Beschreibung, den Ansprüchen sowie der Zeichnung offenbarten Merkmale der Erfindung können sowohl einzeln als auch in beliebiger Kombination für die Verwirklichung der Erfindung in ihren verschiedenen Ausführungsformen wesentlich sein.

25 Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung einer Tablette, insbesondere einer Reinigungsmitteltablette, mit wenigstens einer ersten und einer zweiten Schicht, **gekennzeichnet durch** die folgenden Schritte:

30 a) Einbringen einer ersten abgemessenen Menge einer ersten teilchenförmigen Zusammensetzung in eine Formvertiefung einer Tablettenpresse;

35 b) Pressen der ersten abgemessenen Menge mit einem ersten Preßdruck mittels eines Preßstempels, der auf seiner Preßfläche mindestens eine Vorwölbung aufweist, um eine erste gepreßte Schicht herzustellen, die in ihrer oberen Fläche eine der (den) Vorwölbung(en) auf dem Preßstempel entsprechende Vertiefung(en) aufweist;

40 c) Einbringen einer zweiten abgemessenen Menge einer zweiten teilchenförmigen Zusammensetzung auf die erste gepreßte Schicht in der Formvertiefung der Tablettenpresse; und

d) Pressen der zweiten abgemessenen Menge mit einem zweiten Preßdruck mittels des Preßstempels, um eine zweite gepreßte Schicht mit einer entsprechenden Vertiefung(en) in ihrer oberen Fläche herzustellen.

45 2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, daß** zur Herstellung einer dritten Schicht und ggf. weiterer Schichten die Schritte (c) und (d) jeweils wiederholt werden.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder Anspruch 2, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Vertiefung(en) in der obersten Schicht der Tablette verfüllt wird (werden).

50 4. Verfahren nach Anspruch 3, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Vertiefung(en) in der obersten Schicht der Tablette durch Einfüllen einer gießfähigen, aushärtbaren Zusammensetzung verfüllt wird (werden).

55 5. Verfahren nach Anspruch 3, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Vertiefung(en) durch Einbringen und anschließendes Pressen einer teilchenförmigen Zusammensetzung verfüllt wird (werden).

6. Verfahren nach Anspruch 3, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Vertiefung(en) durch Einbringen einer oder mehrerer Formkörper verfüllt wird (werden).

7. Verfahren nach Anspruch 6, **dadurch gekennzeichnet, daß** der (die) Formkörper nach Aufnahme in der (den) Vertiefung(en) über die Oberseite der Tablette vorsteht (vorstehen).
- 5 8. Verfahren nach Anspruch 6 oder 7, **dadurch gekennzeichnet, daß** der (die) Formkörper in der (den) Vertiefung(en) mit einer Substanz fixiert ist (sind), die eine transportsichere Verbindung zwischen der Tablette und dem Formkörper ergibt.
9. Verfahren nach Anspruch 8, **dadurch gekennzeichnet, dass** der (die) Formkörper mit einem Kleber in der (den) Vertiefung(en) fixiert werden.
- 10 10. Mehrschichtige Tablette, insbesondere Reinigungsmitteltablette, die nach einem der vorhergehenden Ansprüche hergestellt ist.
11. Tablette (1) mit mindestens einer ersten verpreßten Schicht (10) und einer darüber angeordneten zweiten verpreßten Schicht (20), **dadurch gekennzeichnet, daß** die erste Schicht (10) in der Fläche (11), an der die zweite Schicht (20) befestigt ist, eine Vertiefung (12) aufweist, wobei die zweite Schicht (20) eine zu der Vertiefung (12) komplementäre Vorwölbung (22) aufweist, die in die Vertiefung (12) eingreift, wobei die Oberseite (23) der zweiten Schicht (20) eine zu der Vorwölbung (22) komplementäre Vertiefung (24) umfasst.
- 15 12. Tablette nach Anspruch 11, bei der über der zweiten Schicht (20) eine dritte und wahlweise weitere Schichten angeordnet sind.
13. Tablette nach Anspruch 11 oder 12, bei der die Vertiefung(en) (24) in der obersten Schicht (20) der Tablette verfüllt ist (sind).
- 25 14. Tablette nach Anspruch 13, bei der die Vertiefung(en) (24) in der obersten Schicht (20) der Tablette durch Einfüllen einer gießfähigen, aushärtbaren Zusammensetzung verfüllt ist (sind).
15. Tablette nach Anspruch 13, bei der die Vertiefung(en) (24) durch Einbringen und anschließendes Pressen einer teilchenförmigen Zusammensetzung verfüllt ist (sind).
- 30 16. Tablette nach Anspruch 13, bei der die Vertiefung(en) (24) durch Einbringen eines oder mehrerer Formkörper (30) verfüllt ist (sind).
- 35 17. Tablette nach Anspruch 16, bei der der (die) Formkörper (30) über die Oberseite (23) der obersten Schicht (20) hervorsteht (hervorstehen).
18. Tablette nach Anspruch 16 oder 17, bei der der (die) Formkörper (30) in der (den) Vertiefungen (24) mit einer Substanz fixiert ist (sind), die eine transportsichere Verbindung zwischen der Tablette (1) und dem (den) Formkörpern (30) ergibt.
- 40 19. Tablette nach Anspruch 18, bei der der Formkörper (30) mit einem Kleber in der (den) Vertiefungen (24) fixiert ist.
20. Tablette nach einem der Ansprüche 11 bis 19, wobei es sich bei der Tablette um eine Reinigungsmitteltablette handelt.
- 45

Claims

- 50 1. Method of producing a tablet, in particular a detergent tablet, with at least a first and a second layer, **characterised by** the following steps:
 - a) introducing a first metered quantity of a first particulate composition into a mould well of a tablet press;
 - 55 b) pressing the first metered quantity at a first pressing pressure by means of a die, which has at least one protuberance on its pressing surface in order to make a first pressed layer with a hollow(s) in its top surface matching the protuberance(s) on the die;

c) introducing a second metered quantity of a second particulate composition into the mould well of the tablet press on top of the first pressed layer; and

d) pressing the second metered quantity at a second pressing pressure by means of the die, in order to make a second pressed layer with a corresponding hollow(s) in its surface.

2. Method as claimed in claim 1, **characterised in that** steps (c) and (d) are respectively repeated in order to obtain a third and optionally other layers.

3. Method as claimed in claim 1 or 2, **characterised in that** the hollow(s) made in the uppermost layer using the method proposed by the invention is (are) filled.

4. Method as claimed in claim 3, **characterised in that** the hollow(s) in the uppermost layer of the tablet (is) are filled by pouring in a free-flowing, hardenable composition.

5. Method as claimed in claim 3, **characterised in that** the hollow(s) is (are) filled by introducing and then pressing a particulate composition.

6. Method as claimed in claim 3, **characterised in that** the hollow(s) is (are) filled by introducing one or more moulded pieces.

7. Method as claimed in claim 6, **characterised in that** when placed in the hollow(s), the moulded piece(s) stand proud of the top face of the tablet.

8. Method as claimed in claim 6 or 7, **characterised in that** the moulded piece(s) is (are) fixed in the hollow(s), producing a bond between the tablet and the moulded piece that will remain secure during transport.

9. Method as claimed in claim 8, **characterised in that** the moulded piece(s) is (are) fixed in the hollow(s) by means of a glue.

10. Multi-layered tablet, in particular a detergent tablet, which is produced as claimed in one of the preceding claims.

11. Tablet (1) with at least a first pressed layer (10) and a second pressed layer (20) arranged on top, **characterised in that** the first layer (10) has a hollow (12) in the surface (11) to which the second layer (20) is joined, the second layer (20) has a protuberance (22) which complements the hollow (12) and locates in the hollow (12), the top face (23) of the second layer (20) having a hollow (24) complementing the protuberance (22).

12. Tablet as claimed in claim 11, in which a third and optionally other layers are disposed above the second layer (20).

13. Tablet as claimed in claim 11 or 12, in which the hollow(s) in the uppermost layer (20) of the tablet is (are) filled.

14. Tablet as claimed in claim 13, in which the hollow(s) in the uppermost layer (20) of the tablet is (are) filled by pouring in a free-flowing hardenable composition.

15. Tablet as claimed in claim 13, in which the hollow(s) (24) is (are) filled by introducing and then pressing a particulate composition.

16. Tablet as claimed in claim 13, in which the hollow(s) (24) is (are) filled by introducing one or more moulded pieces (30).

17. Tablet as claimed in claim 16, in which the moulded piece(s) (30) stand proud of the top face (23) of the uppermost layer (20).

18. Tablet as claimed claim 16 or 17, in which the moulded piece(s) (30) is (are) fixed in the hollow(s) (24) with a substance which produces a bond between the tablet (1) and the moulded piece(s) (30) that will remain secure during transport.

19. Tablet as claimed in claim 18, in which the moulded piece (30) is fixed in the hollow(s) (24) by a glue.

20. Tablet as claimed in one of claims 11 to 19, the tablet being a detergent tablet.

Revendications

1. Procédé destiné à la fabrication d'une pastille, notamment d'une pastille de détergent, comportant au moins une première couche et une deuxième couche, **caractérisé par** les phases ci-après :

a) introduction d'une première quantité dosée d'une première composition à l'état de particules dans un renforcement de moule d'une presse pour pastilles ;

b) pressage de la première quantité dosée avec une première pression de pressage au moyen d'une estampe de pressage, qui comporte sur sa surface de pressage au moins une pré-convexité afin de réaliser une première couche pressée dont la face supérieure présente un (des) renforcement(s) correspondant à la (aux) pré-convexité(s) de l'estampe de pressage ;

c) introduction d'une deuxième quantité dosée d'une deuxième composition à l'état de particules sur la première couche pressée dans le renforcement du moule de la presse pour pastilles ; et

d) pressage de la deuxième quantité dosée avec une deuxième pression de pressage au moyen de l'estampe de pressage afin de réaliser une deuxième couche pressée avec un (des) renforcement(s) correspondant(s) dans sa face supérieure.

2. Procédé selon la revendication 1, **caractérisé en ce que** les phases (c) et (d) sont répétées pour la réalisation d'une troisième couche et, le cas échéant, d'autres couches.

3. Procédé selon la revendication 1 ou la revendication 2, **caractérisé en ce que** le (les) renforcement(s) dans la couche supérieure de la pastille est (sont) comblé (s) .

4. Procédé selon la revendication 3, **caractérisé en ce que** le(s) renforcement(s) dans la couche supérieure de la pastille est (sont) comblé(s) par le remplissage avec une composition durcissante susceptible d'être coulée.

5. Procédé selon la revendication 3, **caractérisé en ce que** le (s) renforcement (s) est (sont) comblé (s) par l'insertion et le pressage consécutif d'une composition à l'état de particules.

6. Procédé selon la revendication 3, **caractérisé en ce que** le(s) renforcement(s) est (sont) comblé(s) par l'insertion d'un ou de plusieurs corps moulés.

7. Procédé selon la revendication 6, **caractérisé en ce que**, après l'insertion dans le(s) renforcement(s), le(s) corps moulé(s) dépasse(nt) de la face supérieure de la pastille.

8. Procédé selon la revendication 6 ou 7, **caractérisé en ce que** le(s) corps moulé(s) est (sont) fixé(s) dans le (s) renforcement (s) avec une substance qui, pendant le transport, établit une liaison sûre entre la pastille et le corps moulé.

9. Procédé selon la revendication 8, **caractérisé en ce que** le(s) corps moulé(s) est (sont) fixé(s) dans le(s) renforcement(s) avec une colle.

10. Pastille multicouche, notamment pastille de détergent, fabriquée selon l'une quelconque des revendications précédentes.

11. Pastille (1) comportant au moins une première couche pressée (10) et une deuxième couche pressée (20) disposée au-dessus, **caractérisée en ce que** la première couche (10) comporte un renforcement (12) dans la surface (11) sur laquelle est fixée la deuxième couche (20), la deuxième couche (20) présentant une pré-convexité (22) complémentaire au renforcement (12), qui s'engage dans le renforcement (12), la face supérieure (23) de la deuxième couche (20) comportant un renforcement (24) qui est complémentaire à la pré-convexité (22).

12. Pastille selon la revendication 11, dans laquelle une troisième couche et, facultativement, d'autres couches, sont disposées au-dessus de la deuxième couche (20).

13. Pastille selon la revendication 11 ou 12, dans laquelle le (s) renforcement (s) (24) dans la couche la plus élevée

(20) de la pastille est (sont) comblé(s).

14. Pastille selon la revendication 13, dans laquelle le(s) renforcement(s) (24) dans la couche la plus élevée (20) de la pastille est (sont) comblé(s) par le remplissage avec une composition durcissante susceptible d'être coulée.

15. Pastille selon la revendication 13, dans laquelle le(s) renforcement(s) (24) est (sont) comblé(s) par l'insertion, et le pressage consécutif, d'une composition à l'état de particules.

16. Pastille selon la revendication 13, dans laquelle le(s) renforcement(s) (24) est (sont) comblé(s) par l'insertion d'un ou de plusieurs corps moulés (30).

17. Pastille selon la revendication 16, dans laquelle le(s) corps moulé(s) (30) dépasse (nt) de la face supérieure (23) de la couche supérieure (20).

18. Pastille selon la revendication 16 ou 17, dans laquelle le(s) corps moulé(s) (30) est (sont) fixé(s) dans le(s) renforcement(s) (24) avec une substance qui, pendant le transport, établit une liaison sûre entre la pastille (1) et le (les) corps moulé (s) (30).

19. Pastille selon la revendication 18, dans laquelle le corps moulé (30) est fixé dans le(s) renforcement(s) (24) avec une colle.

20. Pastille selon l'une quelconque des revendications 11 à 19, dans laquelle il s'agit d'une pastille de détergent.

