



INPI
INSTITUTO
NACIONAL
DA PROPRIEDADE
INDUSTRIAL
Assinado
Digitalmente

REPÚBLICA FEDERATIVA DO BRASIL
MINISTÉRIO DA ECONOMIA
INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL

CARTA PATENTE Nº PI 1014899-0

O INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL concede a presente PATENTE DE INVENÇÃO, que outorga ao seu titular a propriedade da invenção caracterizada neste título, em todo o território nacional, garantindo os direitos dela decorrentes, previstos na legislação em vigor.

(21) Número do Depósito: PI 1014899-0

(22) Data do Depósito: 21/04/2010

(43) Data da Publicação Nacional: 19/04/2016

(51) Classificação Internacional: C11D 1/37; C11D 1/83; C11D 11/00; C11D 17/06.

(30) Prioridade Unionista: EP EP09158718 de 24/04/2009.

(54) Título: PROCESSO PARA PRODUÇÃO DE PARTÍCULAS DETERGENTE

(73) Titular: UNILEVER N.V., Empresa Holandesa. Endereço: Weena 455, 3013 AL Roterdã, HOLANDA (NL)

(72) Inventor: JOHN GEORGE CHAMBERS; STEPHEN THOMAS KENINGLEY; STEVEN JAMES KYNASTON; JONATHAN OSLER; WILLIAN JOHN WILSON.

(87) Publicação PCT: WO 2010/122050 de 28/10/2010

Prazo de Validade: 20 (vinte) anos contados a partir de 21/04/2010, observadas as condições legais

Expedida em: 05/11/2019

Assinado digitalmente por:

Liane Elizabeth Caldeira Lage

Diretora de Patentes, Programas de Computador e Topografias de Circuitos Integrados

Relatório Descritivo de Patente de Invenção

PROCESSO PARA PRODUÇÃO DE PARTÍCULAS DETERGENTE

Campo da Invenção

[0001] Esta invenção refere-se a um processo para a produção de partículas detergente de alta atividade a partir de misturas tensoativas compreendendo uma maior quantidade de tensoativo sulfonato de alquilbenzeno linear.

Antecedentes da Invenção

[0002] Para reduzir os produtos químicos utilizados no processo de lavagem de tecido, tem sido proposta a diminuição dos sais construtores em formulações detergentes de lavagem de tecido. Sem alterações de formulação, esta redução poderia afetar adversamente o desempenho da composição em água dura. Tem sido proposto para melhorar esse problema, a utilização de misturas tensoativas tolerantes à presença de íons de dureza na água de lavagem, e em especial misturas tolerantes aos íons cálcio. Estas misturas tensoativas foram chamadas de "misturas tensoativa tolerantes à cálcio".

[0003] Para o uso de detergente formuladores de tais misturas tensoativas tolerantes à cálcio, apresenta-se um novo problema. Materiais construtores têm sido freqüentemente incluídos na formulação, não só para proporcionar um desempenho de detergência em água dura, mas também para permitir a fabricação eficiente de formulações de fluxo livre de detergentes granulares. Assim, a redução de construtores em uma formulação, deixando-os na forma de partículas fluentes livres, não é simples.

[0004] A extrusão de composições detergente é conhecida.

[0005] O documento WO 9932599A1 descreve um método de fabricação de partículas tensoativas compreende um tensoativo aniônico, onde o método pode incluir a secagem do tensoativo aniônico e, posteriormente, através de aberturas de extrusão, a uma temperatura elevada, secagem do tensoativo aniônico, opcionalmente misturado com construtor, água, polímeros e/ou

tensoativo não-iônico, e formando os fios extrudados em partículas, por exemplo, cortando e esferonização. As aberturas podem incluir simples aberturas cilíndrica de diâmetro não superior a 2 mm.

[0006] No documento WO 9932599A1, o material alimentado da extrusora é, de preferência, uma pasta tensoativa aniônica, cuja actividade (ex. conteúdo tensoativo aniônico) é preferencialmente pelo menos 90 % em peso. Os materiais preferenciais de alta atividade podem ser preparados submetendo os tensoativos como preparados para uma etapa de secagem antes da etapa de extrusão. Exemplos de equipamentos que podem conseguir isso incluem um secador de tambor rotativo, ou um Chemithon turbo tube® secador, ou, preferivelmente, um evaporador com filme limpo. De preferência, o produto seco é um sólido ceroso ou pastoso à temperatura ambiente.

[0007] Em um método preferencial, um material de alimentação compreende um tensoativo aniônico que contém de 2 a 10 % em peso de água, e cuja atividade é de 90 a 98 % em peso. Verifica-se que a presença desta água auxilia no processamento do tensoativo, dentro da extrusora e/ou durante uma etapa de esferonização a jusante, se realizado. Alternativamente, um tensoativo seco pode ser empregado no material de alimentação, e pode haver um acréscimo de água separada para ajuda à transformação.

[0008] O documento WO 9932599A1 afirma que em algumas formulações de detergentes é desejado ter quantidades extremamente baixas de água presente, ou mesmo nenhuma. Em tais formulações, um tensoativo não-iônico pode ajudar no processamento do tensoativo aniônico dentro da extrusora, e/ou seu tratamento a jusante. Assim, em um método preferencial, um tensoativo aniônico e um tensoativo não-iônico estão presentes. A relação de peso entre tensoativo não-iônico para o tensoativo aniônico é adequadamente até 1 parte, de preferência até 0,5 partes, de um tensoativo não-iônico por parte de tensoativos aniônicos (com referência ao seu conteúdo ativo). Um tensoativo não-iônico, quando presente, pode convenientemente ser adicionado em qualquer fase, antes da fase de trabalho mecânico na extrusora;

e, portanto, pode ser adicionado ao material que compõe o tensoativo aniônico antes da etapa anterior à de secagem (se realizada) ; antes da alimentação do material que compõe o tensoativo aniônico na extrusora; ao mesmo tempo, como a alimentação de material que compõe o tensoativo aniônico na extrusora; ou posteriores à alimentação de material que compõe o tensoativo aniônico na extrusora, através de um ponto de alimentação separado, durante ou, de preferência, antes da mesma fase de trabalho mecânico.

[0009] Uma classe preferencial de tensoativos aniônicos divulgada no documento WO 9932599A1 compõe o metal alcalino (de preferência de sódio) alquil sulfatos (PAS). Outra classe compreende metal alcalino (de preferência de sódio) sulfonatos de alquilarila (sulfonatos de alquilbenzeno especial (LAS)).

[0010] É preferencial que as partículas contenham um construtor. Um construtor na forma de partícula está devidamente adicionado ao material que compõe o tensoativo aniônico durante ou, de preferência, antes do trabalho mecânico do mesmo. De preferência, o construtor, quando presente, é adicionado ao material que compõe o tensoativo aniônico dentro da extrusora. Um construtor, quando presente, pode ser adequadamente presente em uma quantidade de 0,1 a 10 partes por parte dos tensoativos aniônicos (conteúdo ativo), em peso. Quando o tensoativo aniônico é, ou é predominantemente, um metal alcalino alquilarila sulfonato, o construtor pode ser convenientemente presente em uma quantidade de 0,1 a 5 partes por parte dos tensoativos aniônicos (conteúdo ativo), em peso, de preferência de 0,1 a 1, preferencialmente de 0,15 a 0,5 partes, em peso. Os principais ingredientes das partículas extrudada são, de preferência, tensoativos aniônicos e construtores.

[0011] De acordo com o documento WO 9932599A1, após o processo de extrusão, pode ser necessário mudar a características de aparência e manuseio dos fios extrudados. Isto pode ser convenientemente alcançado por meio de "cortar" o extrudado no comprimento necessário. Um procedimento de esferonização pode ser realizado, se quisesse, no extrudado cortado.

[0012] Em todos os exemplos de WO 9932599A1, as partículas foram cortadas em pedaços de forma padrão e, em seguida, esferonizadas para fornecer partículas esféricas de aproximadamente 1 mm de diâmetro. Exemplos 1, 3, 4, 5 e 6 utilizaram pasta tensoativa aniônica de sulfato de alquila (PAS). Como ficará claro a partir dos exemplos 1 e 6, PAS é um tensoativo incomum. Ele pode ser extrudado sem muita secagem ou sem qualquer construtor estruturante inorgânico presente. Isto é devido ao fato de saber que tem uma dureza de cerca de 2 MPa, que é relativamente independente da quantidade de água na pasta abaixo dos 10% de umidade. Assim, ele poderia ser quebrado no exemplo 1 e poderia ser expulso de forma satisfatória, sem necessidade de qualquer estruturação inorgânica no exemplo 6. Isto contrasta acentuadamente com o tensoativo LAS usado no exemplo 2 de WO 9932599A1. A pessoa qualificada está ciente de que pastas LAS ricas são pegajosas. Assim, costuma-se adicionar grandes quantidades de estruturação sólida e líquida de materiais de transporte, especialmente se o material líquido semelhante, tais como tensoativo iônico não estão também a serem adicionados. Nota-se que o exemplo 2 não usa qualquer tensoativo não-iônico.

[0013] O exemplo 2 declara um teor de água de 2 a 4% (baseado em "100-ativa", como na página 5 linhas 25-27 da aplicação). Em tais altos níveis de água, LAS é muito mole e pegajosa para expulsar e cortar. Assim, altos níveis de matéria sólida normalmente são adicionados, como o construtor de sólidos de 42% adicionado à extrusora no Exemplo 2. Se não iônico também fosse adicionado, como em outros exemplos de WO 9932599A1, usando PAS, níveis ainda mais elevados da adição de construtores sólidos teriam sido necessários. O tensoativo não-iônico adicionado à extrusora não seria molecularmente misturado com o LAS e tenderia a ser espremido para fora dos filamentos extrudados, tornando-as ainda mais rígidas na ausência de carreador de material sólido construtor para "embeber-los".

[0014] O documento WO 9932599A1 prevê que o tensoativo não iônico pode ser adicionado ao tensoativos aniônico antes de entrar na extrusora, ao invés

de dentro da extrusora. Mas não a não execução desta variante e os benefícios adicionais de fazê-lo para LAS ricos, ao invés de PAS ricos, as composições não são divulgadas. Os tensoativos não são divulgados para serem secos em um teor de umidade inferior a 2%.

[0015] O documento GB1303479 descreve a formação de uma composição de limpeza solúvel em água, por extrusão de partículas de comprimento de 0,5 a 10 mm. e área transversal de 0,04 a 0,8 mm² cada um compreendendo (a) sulfonato de alquil arila maior (C₉₋₁₈), (b) alquil benzeno sulfonato menor (C₁₋₃), (c) um sal inorgânico e (d) água. Em uma modalidade (Exemplo 1), os ingredientes secos são moídos juntos em um moinho, misturado com ingredientes molhados em um amalgamador de fita e moído em fitas, que são transportadas por uma correia transportadora para fleumático. O fleumático está equipado com uma tela de arame de 0,5 mm. aberturas e uma chapa perfurada com furos, com conicidade de 12 a 16 mm, com o diâmetro maior na saída. O material é extrudado através da placa, resfriado por um jato de ar e transportado em uma correia transportadora através de um fluxo de ar na sequência de um moinho equipado com um ecrã de 8-mesh, que quebra os fios extrudados em comprimentos necessários. Este documento propõe a adição de aril sulfonato de sódio como um hidrótopo, para obter a dissolução rápida. Assim, nos exemplos, há níveis relativamente baixos de tensoativos, a fim de abrir espaço para os altos níveis de hidrótopos e construtores. O processo de secagem parece acontecer pós-extrusão. As partículas têm área transversal pequena e são relativamente longas, de 3 a 4 mm.

[0016] Mistura tensoativa compreendendo sulfonato de alquilbenzeno linear (LAS) e pelo menos um co-tensoativo foram decritas para fornecer excelente detergência, mesmo na presença de íons de dureza. No entanto, estas misturas tendem a ser suaves e levar a composições pegajosas que a aglutinação acima do armazenamento.

[0017] Isto é reconhecido no documento US 5152932 (A), que descreve neutralização da misturas PAS / LAS usando cáustica concentrada em um

reator de laço. O produto neutralizado tem, de preferência, valores inferiores ou igual, cerca de 12 % em peso de água. É preferível que essencialmente construtores de detergência ou materiais orgânicos adicional não sejam alimentados no sistema de neutralização contínuo. Misturas de PAS e LAS são as preferenciais por causa da dispersão de partículas detergente melhoradas formadas a partir de uma pasta feita com a mistura. A relação final da PAS para LAS deve ser entre 75:25 e 96:4, preferencialmente entre 80:20 e 95:5. Assim, as composições divulgadas deve ter menos de 51% LAS. A manutenção de LAS, em menor quantidade é preferencial porque o material neutralizado não inaceitavelmente pegajoso, mas as partículas formadas a partir da pasta de refrigeração são dispersíveis em água em 15,5 C °. A pasta feita de alquil benzeno sulfônico sozinho é dita ser mole, pegajosa, e, portanto, difícil formar-se em não-pegajosa, as partículas de tensoativo discretas.

[0018] Quando 73% ativo cáustico é usado, a pasta derretida normalmente tem entre cerca de 9 e 11 % em peso de água. Este nível de água é muito alto para tornar composições ricas de LAS não pegajosas.

[0019] O processo ainda contempla a mistura de PEG ou não-iônico com as pastas aniônicas. Não há exemplos usando não-iônicos.

[0020] Este documento diz que as partículas detergente pode ser formadas de várias maneiras a partir do produto neutralizado que sai do sistema de neutralização contínua. A pasta derretida pode ser atomizada em gotas em uma torre de refrigeração (resfriamento). Para evitar a refrigeração em tudo, a pasta fundida podem ser simultaneamente resfriada e extrudada e cortada ou moída em tamanhos de partículas desejáveis. A terceira opção é permitir que a pasta fundida se esfrie em um rolo de resfriamento, ou qualquer unidade de troca de calor até atingir uma consistência pastosa, altura em que outros ingredientes do detergente podem ser amassado dentro A massa resultante pode então ser granulado por meios mecânicos.

[0021] A quarta escolha e escolha preferencial é o resfriamento da pasta fundida em flocos em um rolo de resfriamento, em seguida, moção os flocos

para a granulometria desejada. Se a secagem adicional é necessária, os flocos de refrigeração podem ser secados em um tambor rotativo com ar quente ou num leito fluidizado antes da moagem.

[0022] Não há exemplos usando extrusão. Esta divulgação ensina contra o uso de sistemas LAS ricos. Exemplo IV utilizando LAS. Mesmo com a adição de PEG, o produto com 9 % em peso de água resfriado é dito ser sólido na natureza, mas muito mais rígido do que os exemplos PAS. Da mesma forma o PAS rico do exemplo V (com algumas LAS) é dito ter dispersibilidade melhorada em comparação com PAS somente como ativo, mas que, como o nível de LAS é aumentado, há suavidade e rigidez do aumento de partículas. Em níveis elevados LAS, diz-se que as partículas são menos adequadas para uso como partículas detergente por causa de sua viscosidade. De acordo com os dados nesta aplicação, o melhor compromisso entre a baixa viscosidade e a boa dispersibilidade é uma relação de benzeno sulfato de sulfato / alquila de cerca de 88/12, ou seja, um excesso significativo de PAS a mais que LAS e LAS contendo um conteúdo bem abaixo de 51%.

[0023] Uma solução para este problema de viscosidade / aglutinação das altas misturas de LAS que não envolvem o uso de construtor no misturador é colocar o detergente em uma cápsula rígida, tal como proposto no documento WO 2006/002755. Esta solução é excelente para uso em máquinas de lavagem de tecido, mas tem desvantagens quando à dose precisa a ajustada para a quantidade de tecido ou água utilizados, como é frequentemente usado no caso de lavagem de tecido à mão.

[0024] No entanto, uma outra solução é revestir os grânulos pegajosos. Tal redução de viscosidade de revestimento é descrita no documento US 7022660 (B1), que se refere à partículas detergente tendo um revestimento ou camada de revestimento parcial de um material solúvel em água.

[0025] O núcleo de partículas pode incluir uma partícula detergente, aglomerada, flocada, etc As partículas revestidas têm uma série de propriedades melhoradas entre as quais as partículas revestidas fornecem um

amontoado melhorado e perfis fluidez a produtos de detergente contendo as partículas. A camada de revestimento de partícula fornece um revestimento, que é mais nítida e não pegajosa. Embora eficaz na melhorar da fluidez em todos os produtos de detergente, é particularmente eficaz na prevenção da aglomeração em produtos que contenham tensoativos que são mais difíceis de serem secos em relação a um estado não-pegajoso, incluindo tensoativos não-iônicos, alquil benzeno sulfonato lineares ("LAS"), e sulfatos etoxilados de alquila ou em produtos detergente contendo grandes quantidades de tensoativos ativos (ou seja, maior do que cerca de 25 % em peso de tensoativo ativo).

[0026] Enquanto tal revestimento modifica as propriedades da partícula detergente final, ele não resolve o problema de fornecer uma saída não-pegajosa e facilmente pode ser cortada a partir da extrusora. Em uma planta de produção, o material que sair da extrusora deve ser forte o suficiente para cortar em repetíveis partículas de tamanho que não deformem com o cortador que passa através dele, o bastão, nem para o cortador, nem uns aos outros. Eles também devem ser rígidos e não-pegajosos o suficiente para serem usados, ou para serem armazenados e manuseados a granel até que eles sejam revestidos, caso um revestimento devesse ser aplicado. Isso pode implicar em colocá-los em um saco grande e até mesmo transportá-los para uma outra planta. Assim, a solução de aplicação de um revestimento não é suficiente para resolver o problema da aderência da LAS que não está estruturada, com grandes quantidades, normalmente 30% ou mais, de partículas inorgânicas.

[0027] Assim, os inventores buscaram apresentar uma solução para o problema da aglutinação de composições de partículas detergente que compreende alta mistura de tensoativo ativo com uma parte importante do LAS, que não precisa de uma unidade especial de recipiente de armazenamento de dose para as partículas da composição detergente, ou a utilização da estruturação de partículas com uma alta (> 10%) incorporação de alto teor de

sólidos inorgânicos no carregamento das partículas.

Sumário da Invenção

[0028] De acordo com a presente invenção é provido um processo para produção de partículas detergente compreendendo as etapas de:

a) formar uma mistura tensoativa líquida compreendendo uma quantidade maior de tensoativo e uma quantidade menor de água, a parte do tensoativo consistindo em pelo menos 51 % em peso de sulfonato de alquilbenzeno linear e pelo menos um co-tensoativo, a mistura tensoativa composta de, no máximo, 20 % em peso de tensoativo não-iônico;

b) secar a mistura tensoativa líquida da etapa (a) em um evaporador ou secador para um teor de umidade de menos de 1,5 % em peso e refrigerar o material de saída do evaporador ou secador;

c) alimentar com o material refrigerado, na qual a saída compreende pelo menos 93 % em peso da mistura tensoativa com uma parte maior de LAS, uma extrusora, opcionalmente junto com menos de 10 % em peso de outros materiais, tais como perfume, fluorescente, e extrusar a mistura tensoativa para formar um extrudado, enquanto periodicamente corta-se o extrudado para formar partículas detergente rígidas com um diâmetro transversal ao extrudado superior a 2 mm e uma espessura ao longo do eixo da extrusora maior que 0,2 mm, desde que o diâmetro seja maior que a espessura;

d) opcionalmente, revestir as partículas detergentes duras extrudadas com até 30 % em peso de material de revestimento, de preferência selecionados a partir de material inorgânico e misturas de tais materiais e materiais não-iônico com um ponto de fusão na faixa de 40 a 90 °C.

[0029] Para facilitar a extrusão, pode ser vantajosa a refrigeração da saída para o estágio de secagem do evaporador (b) compreendendo pelo menos 95 % em peso, de preferência 96 % em peso, preferencialmente mais de 97 % em peso, preferivelmente 98 % em peso de tensoativo a ser transferido para um moedor e moído em partículas de menos de 1,5 mm, de preferência mm de

diâmetro médio de menos de 1 mm antes de ser levada para a etapa de extrusão (c).

[0030] Para modificar as propriedades do material em pó, um auxiliar de fluxo em pó, tais como Aerosil[®], Alusil, ou Microsil[®], com um diâmetro de partícula de 0,1 a 10 µm podem ser adicionados para o moedor em uma quantidade de 0,5 a 5 % em peso, de preferência de 0,5 a 3 % em peso (com base na saída da fábrica) e misturado com as partículas durante a moagem.

[0031] A saída da etapa b, ou a etapa de moagem intermediária, se usada, é alimentado à extrusora, opcionalmente junto com pequenas quantidades (menos de 10% total em peso) de outros materiais, tais como perfume e/ou fluorescente, e a mistura de materiais alimentados na extrusora forma um extrudado com um diâmetro superior a 2 mm, de preferência superior a 3 mm, preferencialmente maior que 4 mm e preferivelmente com um diâmetro de menos de 7 mm, mais preferivelmente menor do que 5 mm, enquanto periodicamente corta-se o extrudado para formar partículas detergente rígidas com uma espessura máxima superior a 0,2 mm e inferior a 3 mm, de preferência inferior a 2 mm, preferencialmente menor do que cerca de 1,5 mm e maior que cerca de 0,5 mm, até 0,7 mm. Enquanto o preferencial é extrudado de seção transversal circular, a invenção também engloba outras seções transversais, tais como seções transversais triangulares, retangulares e até mesmo complexas, tal como um que imita uma flor rotacionalmente simétrica "pétalas". De fato, a invenção pode ser operada em qualquer extrudado que pode ser forçado através de um buraco na placa de extrusora ou na extrusora, a chave com espessura média do extrudado deve ser mantida abaixo do nível em que a dissolução será lenta. Como discutido acima esta é uma espessura de cerca de 2 mm. Desejavelmente múltiplas extrusões são feitas simultaneamente e todos elas podem ter a mesma seção transversal, ou pode ter seções transversais diferentes. Normalmente, todos eles vão ter o mesmo comprimento que eles quando são cortados pela faca. A faca de corte deve ser tão fina quanto possível para permitir a extrusão de alta velocidade e distorção

mínima do extrudado durante o corte. A extrusão deve ocorrer, de preferência, a uma temperatura inferior a 45 °C, preferencialmente menos do que 40 °C para evitar a aderência e facilitar o corte. Os extrusados, de acordo com o atual processo, são cortados para que sua dimensão seja importante em toda a extrusora, e a dimensão menor seja ao longo do eixo da extrusora. Este é o oposto ao de extrusão normal de tensoativos. O corte, desta forma, aumenta a área de superfície, que é um "corte" de superfície. Ele também permite que a partícula extrusada possa expandir consideravelmente ao longo de seu eixo após o corte, mantendo uma superfície relativamente elevada na relação entre volume, que acredita-se ser para aumentar sua solubilidade e também resulta em aparência de biconvexos atraentes, ou lentilha. Em outros lugares, nos referimos a este formato como um esferóide oblato. Esta é, essencialmente, uma rotação de uma elipse em torno do eixo menor.

[0032] É surpreendente que em teores de água muito baixos, o LAS contendo misturas tensoativas possa ser extrudado para tornar partículas detergente sólidas, que são duras o suficiente para serem usadas sem qualquer necessidade de serem extruturadas por materiais inorgânicos ou estruturantes comumente encontrados em partículas detergente extrudados encontradas no estado da técnica. Assim, a quantidade de tensoativo na partícula detergente pode ser muito maior, e a quantidade de construtores na partícula detergente pode ser muito menor.

[0033] De preferência a mistura na etapa (a) compreende pelo menos cerca de 60 % em peso, preferencialmente pelo menos cerca de 70 % em peso tensoativo e, preferivelmente, no máximo, cerca de 40 % em peso, mais preferivelmente, 30% de água em peso, a parte do tensoativo que consiste de pelo menos 51 % em peso de sal de benzeno sulfonato de alquila linear (LAS) e pelo menos um co-tensoativo.

[0034] De preferência, o co-tensoativo é escolhido dentre o grupo que consiste de: SLES, e não iônicos, juntamente com sabão opcional e suas misturas. A única condição é que, quando o não-iônico é usado o limite superior para a

quantidade de tensoativo não-iônico deve ser encontrado em 20 % em peso do tensoativo total para evitar que o material seco seja muito macio e coeso para expulsar, devido a um valor de dureza menor do que 0,5 MPa.

[0035] De preferência, a mistura tensoativa é seca na etapa (b) a um teor de umidade de menos de 1,2 % em peso, preferencialmente menos de 1,1 % em peso, preferivelmente menos de 1 % em peso. A secagem pode ser adequadamente realizada através de um evaporador ou um Chemithon Turbo Tube® seco.

[0036] Opcionalmente, e, de preferência, a partículas detergentes duras extrudadas são revestidas através da:

(i) transferência delas para um leito fluidizado e pulverização sobre elas de até 30 % em peso (com base em partículas detergente revestidas) de material inorgânico em solução aquosa e secagem fora da água; ou

(ii) revestir a seco com até 30 % em peso de um particulado solúveis ou insolúveis em água de PSD médio $<100\ \mu\text{m}$, seguido de pulverização de líquido aquoso ou não-aquoso e opcionalmente secar/resfriar.

[0037] Se o material de revestimento não está contribuindo para o desempenho de lavagem da composição, então é desejável manter o nível de revestimento tão baixo quanto possível, de preferência menos de 20 % em peso, preferencialmente inferior a 15 % em peso ou até mesmo 10 % em peso, preferivelmente mais baixos que 5 % em peso, especialmente para partículas extrudados maiores com uma superfície em relação de volume de mais de $4\ \text{mm}^{-1}$.

[0038] Surpreendentemente, descobrimos que em níveis baixos de revestimento a aparência do revestimento é muito agradável. Sem querer se comprometer com a teoria, acreditamos que essa aparência de revestimento de alta qualidade é devido à suavidade da partícula subjacentemente extrudadas e cortadas. Ao começar com uma superfície lisa, inesperadamente foi fácil obter um acabamento de revestimento de alta qualidade (medida pela reflexão da luz e suavidade), utilizando técnicas de revestimento simples.

[0039] A invenção também fornece uma composição detergente compreendendo pelo menos 70 % em peso, de preferência pelo menos 85 % em peso de partículas revestidas usando o processo de acordo com a invenção. No entanto, composições com até 100 % em peso das partículas são possíveis quando os aditivos básicos são incorporados às partículas extrusadas, ou em seu revestimento. A composição também pode incluir, por exemplo, um grânulo antiespumante.

[0040] Quando a partícula é revestida, é preferencial se o revestimento for colorido. Partículas de cores diferentes podem ser usadas em mistura, ou podem ser misturadas com pó contrastantes. É claro, as partículas da mesma cor que outras também podem ser usadas para formar composições completas. Como descrito acima a qualidade de revestimento e aparência é muito boa, devido à excelente superfície do cortes extrusados nos quais o revestimento é aplicado em associação com o grande tamanho das partículas em proporções S/V das partículas preferenciais.

[0041] É particularmente preferencial que as partículas detergente compreendam perfume. O perfume pode ser adicionado à extrusora, ou pré-misturado com a mistura do tensoativo no moedor, ou em um misturador colocado depois no moedor, como um líquido ou partículas de perfume encapsulados. Em um processo alternativo, o perfume pode ser adicionado a um material não-iônico e misturado. Essa mistura pode ser aplicada alternativamente no revestimento das partículas extrusadas, por exemplo, por pulverização, onde é misturado com tensoativo não-iônico fundido. O perfume também pode ser introduzido na composição por meio de um grânulo de perfume em separado e, em seguida, a partícula detergente não precisa incluir qualquer perfume.

Descrição Detalhada da Invenção

Mistura Tensoativa

[0042] Misturas tensoativas que não necessitem de construtores para promover uma detergência eficaz em água dura são os preferenciais. Tais

misturas são denominadas misturas tensoativas tolerantes a cálcio se passarem no teste a seguir enunciado. Assim, pode ser vantajoso se a mistura feita na etapa (b) for tolerante a cálcio de acordo com o teste descrito anteriormente. No entanto, a invenção também pode ser usada para lavar com água doce, seja natural ou feita através de um purificador de água. Neste caso, a tolerância a cálcio não é mais importante e as misturas que não forem tolerantes a cálcio podem ser utilizadas.

[0043] A tolerância a cálcio da mistura tensoativa é testada da seguinte forma: A mistura tensoativa em questão é preparada em uma concentração de 0,7g de tensoativo sólido ativo por litro de água contendo íons cálcio suficiente para fornecer uma dureza francesa de 40 (4×10^{-3} Molar Ca^{2+}). Outros eletrólitos de íons livres de dureza, tais como cloreto de sódio, sulfato de sódio e hidróxido de sódio são adicionados à solução para ajustar a força iônica de 0,05 M e pH a 10. A adsorção de luz de comprimento de onda 540 nm a 4 mm de amostra é medido 15 minutos após a preparação da amostra. Dez medições são feitas e um valor médio é calculado. Amostras que dão um valor de absorção menor que 0,08 são considerados tolerantes a cálcio.

[0044] Exemplos de misturas tensoativas que satisfazem o teste acima de tolerância a cálcio incluem aqueles que têm uma parte importante do tensoativo LAS (não tolerante a cálcio por si mesma) misturado com um ou mais de outros tensoativos (co-tensoativos) que são tolerantes a cálcio para dar uma mistura que seja suficientemente tolerante a cálcio para ser utilizada com pouco ou nenhum construtor e para passar no teste dado. Co-tensoativos tolerantes a cálcio adequados incluem SLES 1-7EO, e tensoativos não iônicos de etoxilados de alquila, particularmente aqueles com pontos de fusão inferior a 40 °C. Misturas tolerantes a cálcio já são bem conhecidos na literatura e não é necessário repetir aqui todas as combinações possíveis. Em um aperfeiçoamento do sistema de tensoativo, verificou-se que o sistema tolerante a cálcio LAS formado pela adição de SLES ou cadeias não iônicas de grande comprimento de cadeia muitas vezes requerem o uso de um terceiro tensoativo

que mais se aproximam do desempenho de sistemas de limpeza de detergentes totalmente construídos. Terceiros tensoativos adequados incluem betaínas, óxidos de aminas, e catiônicos, tais como os materiais Praepagen® da Clariant.

[0045] A mistura tensoativa de LAS SLES tem um perfil de espuma superior a uma mistura tensoativa não iônico de LAS, e é, portanto, preferencial para a lavagem das mãos, formulações que exigem altos níveis de espuma. SLES podem ser usado em níveis de até 30%.

[0046] Adição de um tensoativo não-iônico (5 a 20%) para LAS altera o comportamento da mistura tensoativa na secadora. Isto promove um surpreendente aumento na taxa de transferência. 7EO não iônico pode ser usado em níveis entre 5 e 20% com base no tensoativo seco. NI 30EO pode ser usado em níveis de até 20%.

Características dos materiais da mistura tensoativa

[0047] Para possibilitar a tolerância a cálcio suficiente para LAS, combina-se um material tensoativo adicional, tal como SLES ou é adicionado um tensoativo não iônico. O nível que precisa ser adicionado para alcançar a tolerância a cálcio para a mistura de LAS rico varia de acordo com o sistema de tensoativo exato, mas o efeito pode ser facilmente testado para se chegar a um nível adequado de tolerância a cálcio. O tensoativo não-LAS adicionado também deve possuir afinidade a líquidos, não devendo exceder 50 % em peso do tensoativo total, o saldo de tensoativo sendo LAS. Tensoativos adicionados preferenciais são selecionados a partir 7EO não iônicos e/ou 30EO não iônico e/ou SLES e/ou PAS.

[0048] A estruturação da mistura tensoativa é feito pelo LAS. Isso elimina a necessidade de estruturantes inorgânicos usuais, tais como silicato. No entanto, tal abordagem é provida para exigir a mistura tensoativa a ser seca para taxas de umidade muito baixas, de no máximo 2 % em peso, de preferência no máximo 1,5 % em peso, preferencialmente, no máximo, 1,2 % em peso e preferivelmente, no máximo, 1 % em peso. A estes níveis de

umidade, uma partícula detergente misturada de alta atividade com integridade dimensional e comportamento de fluxo livre pode ser extrudada. Onde a tolerância a cálcio não é crítica, é tecnicamente possível usar um pouco de sabão para estruturar ainda mais os extrusados. Até 30 % em peso de sabão podem ser adicionados no evaporador ou secador, mas é preferível manter a quantidade de sabão inferior, abaixo de 20 % em peso, preferencialmente abaixo de 10 % em peso, mais vantajosamente tolerância zero quando o cálcio é necessário.

[0049] O aumento do conteúdo não-iônico dentro da mistura tensoativa LAS rica reduz a dureza da mistura seca. A dureza também está relacionada ao teor de umidade da mistura seca. O nível máximo não-iônico que pode ser incluído é de cerca de 20%, acima deste, a mistura seca é mole demais para o moedor anterior à extrusão, ou corte após a extrusora. O nível mínimo de inclusão de não iônico em uma mistura binária LAS / não-iônico é de cerca de 5%.

[0050] Uma composição detergente preferencial tem uma mistura tensoativa LAS / SLES. No entanto, a substituição de 20% do LAS com resultados PAS em um produto com melhor estabilidade de armazenamento e um perfil de limpeza semelhante.

Processamento

Mistura

[0051] Os tensoativos são misturados antes de entrarem no secador. O equipamento de mistura convencional é utilizado.

Secagem

[0052] Para atingir um teor de umidade muito baixo da mistura tensoativa, dispositivos de película raspada podem ser usados. A forma preferencial do dispositivo de película raspada é um evaporador limpo. Um exemplo de evaporador limpo é o "Dryex system", baseado em um evaporador limpo disponível a partir de Ballestra S. p. A.. Equipamentos de secagem alternativos incluem secadores do tipo tubo, como um Chemithon Turbo Tube[®] seco, e secadores de sabão.

Refrigeração e moagem

[0053] O material quente que sai do secador de película raspada é posteriormente resfriado e dividido em pedaços de tamanho adequado para alimentar a extrusora. O resfriamento simultâneo e a quebra em flocos pode ser convenientemente realizada utilizando um rolo de resfriamento. Se os flocos a partir do rolo de resfriamento não são adequados para alimentação direta para a extrusora, então eles podem ser moídos em um aparelho de moagem e/ou podem ser misturados com outros ingredientes líquidos ou sólidos em uma mistura de fresagem e aparelhos, tais como um moedor de fita. Material fresado ou misturados é, desejavelmente, de tamanho de partícula 1 mm ou menor, para alimentar a extrusora.

[0054] É particularmente vantajosa a adição de um moedor neste momento no processo. Material particulado com um tamanho médio de partícula de 10 nm a 10 µm é a preferencial para uso como um auxiliar de moagem. Entre esses materiais, podem-se mencionar, a título de exemplo: aerosil[®], alusil[®] e microsil[®].

Extrusão e corte

[0055] A extrusora proporciona mais oportunidades para se misturar ingredientes diferentes em tensoativos, ou até mesmo adicionar mais tensoativos. No entanto, é geralmente preferencial que todos os tensoativos aniônicos, ou outros tensoativos fornecidos em mistura com água, ou seja, como pasta ou como solução, seja adicionado ao secador para garantir que o teor de água pode ser reduzido e o material alimentado através da extrusora seja suficientemente seco. Materiais adicionais que podem ser misturados na extrusora são, portanto, principalmente aqueles que são usados em níveis muito baixos em uma composição detergente: tais como corante fluorescente de sombreamento, enzimas, perfume, antiespumantes de silicone, aditivos poliméricos e conservantes. O limite para tais materiais adicionais misturados na extrusora foi encontrado em cerca de 10 % em peso, mas é o preferencial para a qualidade do produto ser a ideal para mantê-lo, é um máximo de 5 %

em peso. Aditivos sólidos são geralmente preferenciais. Líquidos, tais como perfume podem ser adicionados em níveis de até 2,5 % em peso, de preferência até 1,5 % em peso. A estruturação de partículas sólidas (líquido de absorção) materiais ou construtores, tais como a zeólita, carbonato, silicato, de preferência não são adicionados à mistura extrudada. Estes materiais não são necessários devido às propriedades de auto-estruturação da matéria-prima muito seca com base de LAS. Se algum for utilizado, o montante total deverá ser inferior a 5 % em peso, de preferência menor que 4 % em peso, preferencialmente menor de 3 % em peso. Em tais níveis, estruturas não significativa ocorrem e o material particulado inorgânico é adicionado para uma finalidade diferente, por exemplo, como auxiliar de fluxo para melhorar a alimentação de partículas para a extrusora.

[0056] A saída da extrusora é formada pela placa morta usada. O material extrusado tem uma tendência a inchar na direção do centro para a periferia. Descobriu-se que se um extrudado cilíndrico é cortado regularmente à medida que sai da extrusora, e as formas resultantes são cilindros curtos com duas extremidades convexas. Estas partículas podem ser descritas como esferóides oblatos. Esta forma é visualmente agradável e sua aparência ligeiramente arredondada também contribui para a melhoria das propriedades de fluxo de volume das partículas extrusadas.

Revestimento

[0057] Uma variante vantajosa do processo leva as partículas em fatias extrudadas e as reveste. Isso permite que as partículas sejam coloridas com facilidade. Ele também reduz ainda mais a aderência a um ponto onde as partículas são de fluxo livre. Neste estado revestido, elas podem ser usadas sem qualquer necessidade de separação por pó de base ou outros diluentes sólidos. As partículas de extrusão e corte são duras e relativamente não-pegajosas quando frescas, mas a mistura tensoativa torna-as higroscópicas para que elas tendam a se tornar-se pegajosas ao longo do tempo e possam ser guardadas longe da umidade. O revestimento torna-as mais adequadas

para uso em composições detergente que possam ser expostos a alta umidade por longos períodos.

[0058] Ao cobrir tais grandes partículas extrudadas, a espessura de revestimento obtida através da utilização de um nível de revestimento, diz-se 5 % em peso muito maior do que seria alcançado em grânulos detergentes de tamanho normal (de 0,5 a 2mm diâmetro de esfera).

[0059] As partículas de extrusão pode ser consideradas como esferóides oblatos com um grande raio "a" e menor raio "b". Assim, a relação de área de superfície (S) para volume (V) pode ser calculada como:

$$\frac{S}{V} = \frac{3}{2b} + \frac{3b}{4 \epsilon a^2} \ln \left(\frac{1+\epsilon}{1-\epsilon} \right) \text{mm}^{-1}$$

Quando ϵ é a excentricidade da partícula.

[0060] Para propriedades de dissolução ideal, esta relação de área de superfície para volume deve ser superior a 3 mm⁻¹. No entanto, a espessura do revestimento é inversamente proporcional a este coeficiente e, portanto, para o revestimento a relação "área de superfície de partículas revestidas" dividido por "volume de partículas revestidas" deve ser inferior a 15 mm⁻¹.

[0061] Usando o processo da invenção, um revestimento mais eficaz pode ser obtido em um nível inferior de material de revestimento. Embora qualquer revestimento conhecido possa ser usado, por exemplo orgânicos, incluindo polímeros, ou revestimento inorgânico, é particularmente vantajoso usar um revestimento inorgânico depositado por cristalização a uma solução aquosa, onde esta aparece para fornecer benefícios positivos e dissolução do revestimento, dando uma boa cor para a partícula detergente, mesmo em níveis baixos de deposição. Um pulverizador aquoso da solução de revestimento em um leito fluidizado foi encontrado para dar bons resultados e também pode gerar um leve arredondamento das partículas detergente durante o processo de fluidização.

[0062] Soluções de revestimento inorgânico adequadas incluem carbonato de

sódio, possivelmente em mistura com sulfato de sódio e cloreto de sódio. Corantes alimentares, corantes sombreamento, fluorescentes e outros modificadores ópticos podem ser adicionados ao revestimento, dissolvendo-os na solução em pulverizador ou dispersão. A utilização de um sal construtor, tal como carbonato de sódio, é particularmente vantajoso porque permite que a partícula detergente tenha um desempenho ainda melhor, o tampão do sistema em uso em um pH ideal para detergência máxima do sistema de tensoativos aniônicos. Também aumenta a força iônica, que é conhecida por melhorar a limpeza em água dura, e é compatível com outros ingredientes do detergente que podem ser misturados com as partículas detergente revestidos extrudadas. Se um leito fluidizado é usado para aplicar a solução de revestimento, o trabalhador qualificado saberá ajustar as condições de pulverização em termos de número de Stokes e, possivelmente, número Akkermans (FNm), de modo que as partículas são revestidas e não significativamente aglomeradas. Ensaios adequados para ajudar nisto podem ser encontrados nos documentos EP1187903, EP993505 e Powder technology 65 (1991) 257-272 (Ennis).

[0063] Outra técnica de revestimento que pode ser usada é uma primeira partícula de revestimento seco extrudada, com uma camada de eletrólito com diâmetro médio inferior a 100 mm, usando um misturador de tambor do tipo simples e, posteriormente, usar um pulverizador aquoso para endurecer esta camada. A secagem e/ou de refrigeração podem ser necessárias para concluir o processo. A pulverização aquosa pode ser substituída por um derretimento orgânico, utilizando um tensoativo não-iônico de alto ponto de fusão ou material não-iônico. Neste caso, não é necessária a secagem, mas a refrigeração pode ser necessária.

[0064] Será apreciado por aqueles hábeis na arte que vários revestimentos em camadas, dos materiais de revestimento iguais ou diferentes, podem ser aplicados, mas uma única camada de revestimento é o preferencial, pela simplicidade de operação, e para maximizar a espessura do revestimento. A quantidade de revestimento deverá se estabelecer na faixa de 3 a 50 % em

peso da partícula, de preferência de 20 a 40 % em peso para os melhores resultados em termos de propriedades antiaglomerante das partículas detergente.

Composição detergente de partículas extrudadas

[0065] Partículas revestidas ou não revestidas se dissolvem facilmente na água e deixam resíduos muito baixos ou nulos sobre a dissolução, devido à ausência de materiais insolúveis, tais como estruturante zeólita. Quando eles são revestidos, as partículas têm uma aparência visual excepcional, devido à suavidade do revestimento juntamente com a suavidade das partículas subjacente, que também é provida para ser um resultado da falta de material particulado na estruturação de partículas extrudadas.

[0066] A invenção irá agora ser descrita a título de apenas exemplo.

[0067] Nos exemplos, a seguinte nomenclatura é usada:

LAS - significa LAS ácido (LABSA) neutralizado

LAB - significa a alquilação "linear"

LABSA - significa ácido LAS.

PAS - significa sulfato de alquila primário

SCMC - carboximetilcelulose de sódio

SLES (XEO) - significa sulfato de éter lauril sódio

(média de X moles de etoxilação)

[0068] Parâmetros de teste usados nos exemplos são definidos e determinados de acordo com o seguinte:

Teste de compressão não confinado (UCT)

[0069] Neste teste, composição detergente recém-produzida foi comprimida em um compacto e a força necessária para quebrar o compacto foi medida. A composição detergente foi carregada em um cilindro e a superfície nivelada. 50 g de disco de plástico foram colocados no topo da composição detergente e um êmbolo de 10 kg ponderado foi colocado lentamente em cima do disco e autorizado a permanecer na posição por 2 minutos. O peso e o êmbolo foram removidos e o cilindro cuidadosamente removido a partir da composição

detergente para deixar um cilindro permanentemente livre da composição detergente com 50g de disco de plástico em cima dela. Se o pacto fosse ininterrupto, um segundo disco de plástico 50 g seria colocado em cima do primeiro e da esquerda, por aproximadamente dez segundos. Então, se o compacto ainda permanecesse intacto, 100 g de disco seria adicionado aos discos de plástico e deixado por dez segundos. Em seguida, o peso seria aumentado em 250g de incrementos em intervalos de 10 segundos até que o compacto entrasse em colapso. O peso total necessário para o efeito colapso foi observado.

[0070] Para a composição detergente feita e recentemente testada sob condições de temperatura ambiente, a coesão da composição detergente foi classificada pelo peso (p) da seguinte forma, (assumindo que o padrão de compactação de carga 10,0 kg é usado).

$p < 1$ kg Boa fluidez.

$1.\text{kg} < p < 2$ kg Fluidez moderada.

$2.\text{kg} < p < 5$ kg Coesa.

$5.\text{kg} < p$ Muito coesa.

Taxa de fluxo dinâmico (DFR)

[0071] Taxa de fluxo dinâmico (DFR), em ml / seg, foi medida usando um tubo de vidro cilíndrico com diâmetro interno de 35 mm e um comprimento de 600 mm. O tubo foi seguramente preso com o seu eixo vertical longitudinal. Sua extremidade inferior foi denunciada por meio de um cone suave de cloreto de polivinila tendo um ângulo interno de 15 DEG e um orifício menor de saída de 22,5 mm de diâmetro. Um sensor de feixe foi colocado 150 mm acima da tomada, e um segundo sensor de feixe foi posicionado 250 milímetros acima do primeiro sensor.

[0072] Para determinar a taxa de fluxo dinâmico de uma amostra de composição detergente, o orifício de saída foi fechado temporariamente, por exemplo, pelo recobrimento com um pedaço de cartão, e a composição detergente foi derramada no topo do cilindro até o nível de composição

detergente ser cerca de 100 milímetros acima do sensor superior. A saída foi então aberta e o tempo t (segundos) necessário para que o nível de composição detergente caia a partir do sensor superior em relação ao sensor de nível inferior, medido eletronicamente. A TFD é o volume do tubo entre os sensores, dividido pelo tempo medido.

Densidade (BD)

[0073] “Densidade” significa a densidade de toda a composição detergente em uma forma gaseificada não compactada (não explorada). Foi medida tomando o aumento de peso devido ao enchimento de um recipiente de 1 litro com a composição detergente.

Umidade Relativa de Equilíbrio (ERH)

[0074] Atividade de água (em geral, dado o parâmetro A_w) está relacionada à umidade relativa de equilíbrio (% ERH) pela equação:

$$ERH = 100 \times A_w$$

A_w = pressão de equilíbrio parcial de umidade / saturação da pressão parcial de umidade na temp.

[0075] Um valor para a atividade de água de 1 ($ERH = 100$) indica a água pura, enquanto que zero indica ausência total de água.

Exemplo 1

[0076] Materiais-primas tensoativas foram misturadas para dar uma pasta de 67 % em peso de ativo compreendendo 56,5 partes de LAS, 15,2 partes de PAS e 28,3 partes de SLES.

[0077] Matérias-primas utilizadas foram:

LABSA

Cáustica (solução 48%)

PAS

SLES (3E0) Stepan BES70

[0078] A pasta foi pré-aquecida à temperatura de alimentação e alimentadas até o topo de um evaporador limpo para reduzir o teor de umidade e produzir uma mistura tensoativa sólida íntima, que passasse o teste de tolerância a

cálcio. As condições usadas para produzir esta mistura LAS / PAS / SLES são apresentados na Tabela 1.

Tabela 1

	Temperatura de revestimento	80°C
Alimentação	Rendimento nominal	65 kg/hr
	Temperatura	70°C
	Densidade	1,2 kg/L
Produto	Umidade (KF ⁺)	1,0 %
	NaOH livre	0,16 %

*analizada por método de Karl Fischer

[0079] Na saída da base do evaporador limpo, a mistura tensoativa seca caiu sobre um rolo de resfriamento, onde foi resfriada a menos de 30 °C.

[0080] Depois de deixar o rolo de resfriamento, a mistura tensoativa seca de partículas resfriadas foram moídas usando um moedor de martelos, 2% Aerosil ® também foi adicionado ao moedor de martelo como um auxiliar de moedor. O material resultante é higroscópico moído e assim ele foi armazenado em recipientes fechados. Suas propriedades são dadas na tabela 2.

Tabela 2

ERH	Prop. Físicas			Tamanho de partícula		
	UCT kg	DFR mL/s	BD g/L	D(50) µm	> 180 µm (%)	>1400 µm (%)
8,7	1,9	70 / 71	558	342,97	33,0	3,38

[0081] A composição seca moída resfriada foi alimentada com uma dupla-rosca de extrusora co-rotativa equipada com uma placa de orifício em forma e lâmina de corte. O diâmetro médio de partícula e da espessura das amostras das partículas extrudados foram encontrados para ser 4,46 milímetros e 1,13 mm, respectivamente. O desvio padrão foi aceitavelmente baixo.

[0082] As partículas foram então revestidas com um leite fluidizado Strea 1. O revestimento foi adicionado como uma solução aquosa e o revestimento concluído em condições dadas na Tabela 3. Revestimento % em peso é

baseado em peso da partícula revestida.

Tabela 3

Nível de revestimento	5 % em peso	10 % em peso	15 % em peso
Massa sólida (kg)	1,25	1,25	1,25
Solução de Revestimento	Carbonato de sódio (25%)	Carbonato de sódio (25%)	Carbonato de sódio (25%)
	Corante (0,1%)	Corante (0,1%)	Corante (0,1%)
Solução de revestimento em massa (kg)	0,263	0,555	0,882
Temperatura do ar de entrada (°C)	80	80	80
Temperatura do ar de saída (°C)	42	40	41
Taxa de alimentação do revestimento (g/min)	14	15	15
Temperatura de alimentação do revestimento (°C)	38	41	40

[0083] Como pode ser visto na Tabela 3 as amostras têm níveis diferentes de revestimento. Estas amostras e amostras adicionais foram feitas usando o mesmo processo e foram então equilibradas em 48 e 65% de umidade relativa e sua dureza medida. As medições de dureza são apresentados na Tabela 4.

Tabela 4

Nível de Revestimento	Dureza média @ 20°C / 48% RH	Dureza média @ 21°C / 65% RH
(%)	(Mpa)	(Mpa)
5	0,07	0,03
10	0,19	0,06
15	0,40	0,22
25	0,85	0,59

Exemplo 2

[0084] Misturas tensoativas foram selecionadas com base em sua tolerância esperada a cálcio em condições típicas de lavagem. Para este exemplo, dois LAS e misturas tensoativas não-iônicas foram preparadas.

Exemplo 2.1 LAS / NI -7 EO = relação 76,9/23,1

Exemplo 2.2 LAS/NI-7EO = relação 83,3/16,7

[0085] As misturas foram fabricadas como matérias-primas de cristal líquido lamelar bombeáveis contendo ca. 70% de tensoativo total e 30% de água. Estas misturas de matérias-primas foram alimentadas em um evaporador de filme limpo e seco.

[0086] As propriedades do tensoativo secos combinados na saída do evaporador limpo são apresentadas na Tabela 5.

Tabela 5

Exemplo #		2,1	2,2
Temperatura de revestimento °C		84	92
Alimentação	Rendimento nominal kg/hr	30	45
	Temperatura °C	71	75
	Densidade kg/L	0,94	1,01
Produto	% de umidade (KF)	0,9	1,3
	NaOH livre %	-	-

[0087] Cada uma dessas misturas tensoativas secas foram moídas em um moedor martelo, 2% Aerosil ® foi adicionado como um auxiliar de moedor. O material resultante seco é higroscópico e foi assim armazenado em recipientes fechados. As propriedades são apresentadas na Tabela 6.

Tabela 6

	ERH	Prop. Físicas					%>1400 (peneiradas)
		UCT	DFR	BD	D(50)	%>180	
2,1	Muito coesa para medições				668	14,0	28,3
2,2	8,7	400	103	515	376	30,0	11,8

[0088] A mistura seca 2,1 foi encontrada para ser muito coesa para alimentar a extrusora utilizada no exemplo 1 e cair fora do âmbito da invenção. A mistura seca 2,2 foi extrudada de forma satisfatória usando o processo descrito no Exemplo 1. Deve-se notar aqui que, a fim de incorporação do não-iônico, mesmo nos níveis feito com sucesso em 2,2 é essencial a co-secagem do LAS e do não-iônico para formar uma dispersão molecular dos tensoativos. Qualquer tentativa de misturar os tensoativos na extrusora leva à formação de

uma extrusão desorganizada e pegajosa, a menos que os altos níveis de sólidos também sejam utilizados.

[0089] As partículas extrudadas formadas a partir de mistura seca 2,2 foram revestidas como no Exemplo 1 acima.

Exemplo 3

[0090] Uma mistura de LAB ex Huntsman, não iônico e PEG na proporção 100:10:2 foi sulfonada em escala de planta piloto para converter o LAB para LABSA e neutralizada com solução cáustica para fazer o LABSA em LAS.

[0091] A única umidade adicionada ao sistema foi contida na solução de 50% de hidróxido de sódio (baixo cloreto) usado como o agente de neutralização. Detalhes dos materiais são, conforme especificado na tabela 7. A reação de neutralização na LABSA, (Ácido Sulfônico Alquil benzeno Linear) foi concluída na presença de não-iônicos e PEG. Uma pasta de 85 % em peso ativa compreendendo tensoativos aniônicos, não iônico e PEG, pode ser bombeada com uma bomba de palhetas se produzida. O processo de neutralização foi continuado por 8 horas.

Tabela 7

Matéria-prima	Fornecedor / Nome comercial	% Ativo
PEG 4000	BP Chemicals	100
Alquil benzeno linear (LAB)	Huntsman / A225	98 - 100
Não-iônico 7EO	Shell Chemicals / Neodol 25-7	100
Soda cáustica	Univar	50

[0092] A pasta de mistura tensoativa foi seca em um secador Turbo-Tube e moído em moedor martelo: nenhuma ajuda de moedor foi adicionada. As propriedades da composição moída seca resultante moídos são apresentados na Tabela 8.

Tabela 8

Análise	Resultado
ERH %	6,4
Teor de umidade %	0,6
Dureza Mpa	18,6
T90s	69
Densidade Aparente (BD) g/L	587
Taxa de Fluxo Dinâmico (DFR) mL/s	105
UCT	Falha
Tamanho de partícula d(10) µm	173
Tamanho de partícula d(50) µm	570
Tamanho de partícula d(90) µm	941

T90 = tempo em segundos para a mudança na condutividade da água para chegar a 90% da sua magnitude final, quando uma amostra de 250 mg é colocada em 500 ml de água desmineralizada agitada a 25 °C.

[0093] A composição seca e moída foi alimentada e extrusada em uma extrusora. A espessura média máxima das partículas de extrusão foi de 1,13 mm (sd 0,18) e seu diâmetro médio foi de 4,46 mm (sd 0,26).

[0094] As partículas são revestidas como no exemplo 1.

Exemplo 4

[0095] Partículas extrudadas não revestidas do exemplo 3 foram revestidas com um nível de cobertura de 15 % em peso. Isto foi conseguido através da pulverização de 25 % em peso de solução de carbonato de sódio, contendo 0.5 % em peso de corante laranja, em um leito fluidizado e evaporando a umidade em excesso. A alta atividade das partículas revestidas extrudadas são higroscópicas e sensíveis à temperatura. Assim, em todos os momentos, um equilíbrio manteve-se entre a taxa de pulverização e taxa de evaporação da solução e da temperatura da base. O leito fluidizado é operado como já é conhecido para o trabalhador qualificado, a fim de evitar a aglomeração do

material. As condições de revestimento usados são indicados na Tabela 9.

Tabela 9

Análise	Resultado
Massa sólida	1,5 kg
Temperatura do ar de entrada	80°C
Temperatura do ar de saída	35°C
Taxa de pulverização	22 g/min
Temperatura de pulverização	40°C

Exemplo 5

[0096] Detergente com base de pó convencionais contendo Sulfonato de sódio alquil linear (LAS) como tensoativo e tripolisoffato de sódio como construtor estava seco misturado com partículas não revestidas extrudadas feito de acordo com a primeira parte do processo do exemplo 1 e usando uma mistura de LAS / PAS / SLES com relação 58,3/14,6/27. As partículas de extrusão utilizadas tinha uma seção transversal circular com média 5 mm de diâmetro e espessura média máxima de 1 mm. As misturas de detergente em pó e partículas extrudadas foram seladas em embalagens de papelão convencionais sem laminação e armazenados a 28 °C e 70% de umidade relativa durante 4 semanas. Pacotes foram examinados periodicamente para determinar o quanto de aglutinação tinha ocorrido, derramando o produto da embalagem em uma bandeja e visualmente estimar a porcentagem de pó concentrado. Os exemplos 5A, 5B e 5C na Tabela 10 correspondem a níveis de partículas extrudadas de 0, 20 e 40 % em peso com base no peso combinado de partículas e em pó.

[0097] Os resultados da Tabela 10 mostram que os pós que contêm até, e incluindo 20 % em peso de partículas revestidas extrudadas de acordo com a invenção são de armazenamento estável, mas acima desse nível e em algum ponto abaixo de 40 % em peso de partículas extrudadas, a mistura com pó de base torna-se instável em armazenamento.

Tabela 10

Exemplo	% em peso de extrudatos na embalagem	Aglomerantes na embalagem ex na semana 2	Aglomerantes na embalagem ex na semana 4
5 ^a	0	<25%	<50%
5B	20	<25%	<50%
5C	40	>75%	>75%

[0098] Resultados semelhantes são obtidos com base de pó incluindo zeólita e/ou carbonato no lugar do tripolifosfato de sódio.

Exemplo 6

[0099] 100 partes do material moído produzido no exemplo 1 na saída do moedor foi misturado em um misturador de queda com 1,15 partes fluorescentes e 3 partes SCMC. Esta mistura foi então alimentada a uma extrusora de dupla rosca co-rotativa juntamente com 1,15 partes de perfume líquido. A mistura resultante foi extrudada através de uma placa de orifício cortada com uma lâmina de corte para produzir partículas detergente que compreendessem pouco menos perfume, 4 % em peso, fluorescente e SCMC, além de tensoativo.

[0100] As partículas extrudadas foram determinadas a terem uma espessura média de 1,11 mm (sd 0,18) na faixa de 0,9-1,4. O tempo de dissolução T90 foi de 73 segundos.

[0101] A aglutinação em armazenamento prolongado foi aceitável após o revestimento. O material foi selado em embalagens de papelão convencionais sem laminação e armazenados a 28 °C e 70% de umidade relativa, durante 8 semanas. Os pacotes foram examinados durante este período para as propriedades de fluxo em pó aceitável /aglutinação derramando o produto da embalagem em uma bandeja e visualmente estimou-se a porcentagem de pó concentrado. Os resultados são apresentados na Tabela 1.

Tabela 11

Embalagem Simples	Fluidez	Resíduo na embalagem	Caroços ex na embalagem
Revestido	Satisfatório	25 a 50%	25%
Não-revestido	Não-fluido	100%	100%

Exemplo 7

[0102] Este exemplo mostra que a aparência superior das partículas extrudadas é devido à partícula não revestida ser mais suave do que as partículas detergente convencionais, e a superfície final ser mais suave ainda. Esta necessidade da superfície subjacente ser suave antes de aplicar o revestimento é geralmente conhecido, mas foi, no entanto, surpreendente o quão melhor as partículas revestidas aparecem em comparação com outras partículas detergente convencionais. A suavidade subjacente das partículas extrudadas é pensada para ser assistida por seus materiais que não contenham estruturação sólida, ao contrário de partículas conhecidas no estado da técnica previamente extrudadas. As partículas também são superiores na aparência quando comparadas com grânulos na arte feitos anteriormente por outros processos.

[0103] A fim de determinar o valor de Ra (rugosidade média da superfície) para cada amostra de partículas foi utilizado um equipamento sem contato perfilômetro óptico compreendendo um baixo consumo de energia do infravermelho próximo Laser Stylus montado em um palco móvel controlado por um computador. A caneta laser é um transdutor de deslocamento baseado na tecnologia encontrada em um leitor de discos compactos. Em um leitor de discos compactos, um laser focalizado é usado para registrar os boxes embutidos dentro do disco. Desde que o disco oscile ligeiramente à medida que gira, um mecanismo de auto-foco é necessário para manter a condição em foco. Este mecanismo de auto-foco usa a luz refletida a partir do disco para gerar um sinal de erro que pode ser usado para bloquear o laser sobre a superfície. O sinal de erro é minimizado através do ajuste em tempo real da

posição da lente, e um ciclo de realimentação para atingir um tempo de resposta aceitável.

[0104] Para usar tal dispositivo para medir a topografia da superfície, requer-se que o laser seja centralizado na superfície, e então a superfície se modifica de uma forma de varredura (linha de varredura Y e passo de varredura X) debaixo dela. Uma gravação da posição da lente fornece uma medida da variação da altura da superfície.

[0105] O principal componente do laser profilométrico é um laser transdutor de deslocamento (Laser Rodenstock RM Stylus 600 LS10), que opera no infravermelho próximo a 780 nm. Este transdutor dá um tamanho de mancha de cerca de 1,3 mM na superfície medida, tem uma resolução distância de 1 nm e uma faixa operacional de ± 400 m. A distância de impasse entre o final do transdutor e a superfície medida é de cerca de 10 mm, no ar, e o ângulo de cone completo incluído do feixe focalizado é de aproximadamente 47°. Este transdutor é um exemplo de um seguidor óptico, que utiliza auto-focalização óptica para bloqueio em uma interface para medir a sua localização em relação a uma posição de referência interna para o dispositivo. Ra (rugosidade média da superfície) é uma das medidas mais eficazes de rugosidade da superfície e é comumente adotada na prática de engenharia em geral. Ela dá uma boa descrição geral das variações de altura na superfície. A linha média foi a primeiro a descobrir que é paralela à direção geral da superfície e divide a superfície de tal forma que a soma das áreas formadas acima da linha é igual à soma das áreas formadas abaixo da linha. A rugosidade de superfície Ra é agora dada pela soma dos valores absolutos de todas as áreas acima e abaixo da linha média dividida pelo comprimento de amostragem.

[0106] A amostra é montada no estágio para refletir o laser. A amostra é realizada com firmeza suficiente para evitar qualquer movimento espúrio durante a digitalização.

[0107] Os dados são avaliados em um computador onde há programas para achatar a topografia, linha por linha, e para deixar desvios líquido de inclinação

e curvatura. Ra é a rugosidade média das alturas da superfície medida de uma amostra.

[0108] Porque algumas das partículas amostra original provaram ser insuficientemente reflexivas para o instrumento perfilômetro para ser capaz de bloquear na superfície, fizeram-se superfície de réplicas de todas as três partículas de teste usando um material chamado Silflo (Ex - Flexico), que é um material de silicone de corpo de luz de moldagem de borracha que prontamente flui para as características da superfície. O material foi preparado e, em seguida, uma partícula revestida foi empurrada (suavemente) na borracha antes de endurecida. Na remoção de partículas, uma replica de superfície é deixado na Silflo.

[0109] Em seguida, colocou essa impressão de replicar para o perfilômetro a laser e uma seção de medida, até 1000µm por 1000µm com os dados obtidos a cada µm em ambas as direções x e y. Para cada tipo de partícula, medimos várias réplicas desta forma. Os resultados são apresentados na Tabela 12. Os detalhes das partículas originais são apresentados abaixo. Partículas extrudadas foram feitas de acordo com a primeira parte do processo do exemplo 1, usando uma mistura de LAS / PAS / SLES com relação 58,3/14,6/27. As partículas extrudadas tinha uma seção transversal circular e dimensões de cerca de 5 mm de diâmetro por 1 mm.

[0110] Uma fração dessas partículas extrudadas foi revestida com 25% de solução de revestimento de carbonato de sódio para dar um nível de revestimento final de 30 % em peso.

[0111] O grânulo de alta atividade convencional foi feito usando o processo descrito no documento WO2002/24853 e teve a composição:

LAS	65,5%
Soda Ash	1,5%
Zeólita	17,9%
Sulfato de sódio	2,2%
Água e restantes	equilíbrio

[0112] Para ser tão bom quanto uma comparação possível com as partículas maiores extrudadas, usamos um grânulo de grandes dimensões (retidos em uma peneira de 1,18 milímetros). Mesmo assim, devido a este ser menor do que as partículas extrusadas, poderíamos apenas ter uma medida de 500µm por segmento de 500µm.

Tabela 12

	Ra (µm)	Ra (µm)	Ra (µm)
Grânulo de altamente ativos	18,020	21,732	-
Partículas extrudadas não-revestidas	7,611	6,439	6,371
Partículas extrudadas revestidas	5,384	2,610	3,116

[0113] Pode ser visto a partir da tabela 12 que uma partícula detergente convencional de alta atividade granulada é muito mais dura do que a partícula não revestida extrudada e que, quando revestidas a partícula extrusada é mais suave ainda. Ra (µm) inferior a 6, mesmo com menos de 4, foi alcançada para as partículas revestidas extrudadas. A combinação de maior raio de curvatura, partícula de base lisa e revestimento, fornece à partícula revestida extrudada uma aparência impressionante, quando comparada com o aspecto típico de uma partícula de detergente. Quando acoplada a uma distribuição de partícula de baixa dimensão, isto leva a uma partícula dramaticamente visualmente diferentes e atraentes que os consumidores realmente apreciam, que é diferente do seu produto normal

Reivindicações

1. Processo para produção de partículas detergente, **caracterizado por** compreender as etapas de:

a) formar uma mistura tensoativa líquida compreendendo pelo menos 60% em peso total de tensoativo e no máximo 40% em peso de água, a parte do tensoativo consistindo em pelo menos 51 % em peso de sulfonato de alquilbenzeno linear e pelo menos um co-tensoativo, a mistura tensoativa composta de, no máximo, 20 % em peso de tensoativo não-iônico;

b) secar a mistura tensoativa líquida da etapa (a) em um evaporador ou secador para um teor de umidade de menos de 1,5 % em peso e refrigerar o material de saída do evaporador ou secador;

c) alimentar com o material refrigerado, na qual a saída compreende pelo menos 93 % em peso da mistura tensoativa com uma parte maior de sulfonato de alquilbenzeno linear, à uma extrusora, com de 0 a 10 % em peso de outros materiais, preferencialmente perfume e/ou fluorescente, e extrusar a mistura tensoativa para formar um extrudado, enquanto periodicamente corta-se o extrudado para formar partículas detergente rígidas com um diâmetro superior a 2 mm e uma espessura maior que 0,2 mm, desde que o diâmetro seja maior que a espessura;

d) opcionalmente, revestir as partículas detergentes duras extrudadas com até 30 % em peso de material de revestimento.

2. Processo, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado pela** mistura feita na etapa (b) ser tolerante a cálcio, em que a tolerância a cálcio da mistura tensoativa é testada da seguinte forma:

- a mistura tensoativa em questão é preparada em uma concentração de 0,7g de tensoativo sólido ativo por litro de água contendo íons cálcio suficiente para fornecer uma dureza francesa de 40 (4×10^{-3} Molar Ca^{2+});

- outros eletrólitos de íons livres de dureza, tais como cloreto de sódio, sulfato de sódio e hidróxido de sódio são adicionados à solução para ajustar a

força iônica de 0,05 M e pH a 10;

- a adsorção de luz de comprimento de onda 540 nm a 4 mm de amostra é medido 15 minutos após a preparação da amostra;
- dez medições são feitas e um valor médio é calculado;
- as amostras que dão um valor de absorção menor que 0,08 são considerados tolerantes a cálcio.

3. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 2, **caracterizado pelo** material de saída do evaporador ou secador da etapa (b) compreender pelo menos 95 % em peso de tensoativo, de preferência 96 % em peso, mais preferencialmente 97% em peso, preferivelmente 98% em peso de tensoativo, ser transferido para um moedor e moído em partículas de menos de 1,5 mm, preferivelmente menor que 1 mm, antes de ser levado para a etapa de extrusão (c).

4. Processo, de acordo com a reivindicação 3, **caracterizado pelo** auxiliar de fluxo em pó com um diâmetro de partícula de 0,1 a 10 µm ser adicionado ao moedor em uma quantidade de 0,5 a 5 % em peso, com base na saída do moedor, e misturado com as partículas durante a moagem.

5. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 4, **caracterizado pela** temperatura da mistura não exceder 45 °C, e preferencialmente não exceder 40°C, durante a etapa de extrusão (c).

6. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 5, **caracterizado pelo** perfume ser adicionado na extrusora.

7. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 6, **caracterizado pela** mistura tensoativa ser seca na etapa (b) para um teor de umidade menor que 1,2 % em peso, preferencialmente menos que 1% em peso.

8. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 7, **caracterizado pelo** evaporador ou secador ser um evaporador de filme ou um secador de tubo.

9. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 8,

caracterizado pelas partículas feitas pela etapa de extrusão serem esferóides oblatos.

10. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 9, **caracterizado pelo** diâmetro das partículas extrudadas ser maior do que 4 mm.

11. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 10, **caracterizado pelo** revestimento ser selecionado a partir de material inorgânico em pó e misturas de tais materiais e materiais não-iônicos com um ponto de fusão na faixa de 40 a 90 °C.