República Federativa do Brasil
Ministério da Economia
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) BR 112013008993-8 B1

(22) Data do Depósito: 01/09/2011

(45) Data de Concessão: 15/06/2021

(54) Título: COMPOSIÇÃO DETERGENTE PARTICULADA

(51) Int.Cl.: C11D 3/02; C11D 3/42; C11D 17/00; C11D 3/04.

(30) Prioridade Unionista: 14/10/2010 EP EP10187495.

(73) Titular(es): UNILEVER IP HOLDINGS B.V..

(72) Inventor(es): STEPHEN THOMAS KENINGLEY.

(86) Pedido PCT: PCT EP2011065124 de 01/09/2011

(87) Publicação PCT: WO 2012/048945 de 19/04/2012

(85) Data do Início da Fase Nacional: 12/04/2013

(57) Resumo: COMPOSIÇÃO DETERGENTE PARTICULADA. A presente invenção se refere a uma composição detergente particulada, compreendendo agente de fluorescência sulfonado em que a composição compreende mais de 40% em peso de surfatante de detergente, pelo menos 70% em número de partículas compreendendo um núcleo que compreende principalmente surfatante, e, ao redor do núcleo, um revestimento, compreendendo sal inorgânico solúvel, em água e agente de fluorescência sulfonado, cada partícula possuindo dimensões perpendiculares x,y ez, em que x é de 0,2 a 2 mm, y é de 2,5 a 8 mm, e z é de 2,5 a 8 mm.

Relatório Descritivo de Patente de Invenção

COMPOSIÇÃO DETERGENTE PARTICULADA

Campo da Invenção

[0001] A invenção refere-se a composições detergentes particuladas compreendendo agente de fluorescência, particularmente a composições compreendendo pelo menos 40% em peso de surfatante em partículas possuindo um núcleo de surfatante extrudado e um revestimento inorgânico compreendendo de 5 a 45% em peso das partículas.

Antecedentes da Invenção

[0002] Composições detergentes particuladas com perfis ambientais melhorados poderiam, em teoria, ser projetadas através da eliminação de todos os componentes da composição que proporcionam ação de limpeza limitada, ou nenhuma ação. Tais produtos compactos também reduziriam exigências de embalagem. Entretanto, atingir este objetivo é difícil, na prática, porque a fabricação de composições detergentes particuladas geralmente requer o uso de componentes que não contribuem significativamente para a detergência, porém são, no entanto, incluídas para estruturar os ingredientes líquidos em sólidos, para auxiliar com o processamento e para melhorar o manuseio e a estabilidade das composições detergentes particuladas.

[0003] Em nossos pedidos pendentes, PCT/EP2010/055256 e PCT/EP2010/055257, nós propomos a solução destes problemas através da fabricação de uma nova composição detergente particulada. Em geral, a fabricação é feita utilizando um processo compreendendo as etapas de secagem de uma mistura surfatante, extrusão da mesma e corte dos extrudados para formar partículas de núcleo duro com um diâmetro maior que 2 mm e uma espessura maior que 0,2 mm. Estas partículas grandes com núcleo são, em seguida, preferivelmente revestidas, em especial com um revestimento inorgânico.

[0004] As composições compreendendo pelo menos 70% em peso destas partículas grandes revestidas com núcleos surfatantes extrudados diferem de composições detergentes extrudadas da técnica anterior na medida em que elas possuem pouco ou nenhum material estruturante sólido para endurecer ou estruturar o núcleo surfatante. Em vez disso, elas utilizam misturas de surfatantes de baixa umidade para prover dureza. A escolha do surfatante permite que as partículas forneçam boa detergência mesmo sem nenhum reforçador de detergentes convencional, eliminando assim a necessidade de tais reforçadores nas partículas. Embora as partículas extrudadas sejam suficientemente duras para cortar no formato necessário sem deformação, elas são higroscópicas e grudariam umas às outras se não revestidas. É, portanto, vantajoso revestir as partículas de núcleo através da pulverização de material inorgânico, tal como carbonato de sódio, sobre elas, em um leito fluidizado. A combinação do revestimento e o grande tamanho de partícula (5 mm de diâmetro) elimina substancialmente qualquer tendência de deformar ou aglutinar e permite a produção de uma composição inovadora de escoamento livre de partículas detergentes maiores que o normal, com aparência lisa e uniforme excelente. Surpreendentemente, apesar de seu volume grande e alta densidade, as partículas se dissolvem rapidamente com poucos resíduos e formam líquidos de lavagem transparentes com excelente detergência primária.

[0005] Para lavagem de tecidos, é convencional utilizar um agente de branqueamento óptico ou agente de fluorescência substancial em tecidos na composição detergente. Foram encontrados problemas quando um agente de fluorescência sulfonado foi adicionado ao núcleo das partículas conforme descrito nos pedidos co-pendentes mencionados acima.

[0006] O documento GB2076011 nota que alguns branqueadores ópticos sulfonados são coloridos, porém podem se tornar brancos na presença de compostos contendo hidroxila. O PEG é um composto adequado contendo hidroxila, e em uma mistura com PEG, os agentes de fluorescência mudaram de amarelo-verde para branco. A mistura fundida pode ser em flocos, ou,

alternativamente é sugerido, porém não exemplificado, o uso da mesma para pulverizá-la sobre grânulos detergentes em um leito fluidizado (página 4, linha 40).

[0007] O documento US6159920 realiza uma partícula detergente revestida por agente de fluorescência através da pulverização, sobre a partícula, de uma mistura de agente de fluorescência e surfatante não-iônico. É essencial que o revestimento seja anidro. A pulverização é feita em um misturador da Lödige. Um agente de fluorescência preferido é Tinopal CBS.

[0008] O documento DE 10 2006 034 900 A1 revela um método de aplicação de um agente de fluorescência a um pó detergente poroso.

Sumário da Invenção

[0009] De acordo com a presente invenção, é provida uma composição detergente particulada revestida compreendendo agente de fluorescência sulfonado, em que a composição compreende mais de 50% em peso de surfatante para detergente, pelo menos 70% em número de partículas compreendendo um núcleo que compreende principalmente surfatante, e um revestimento, compreendendo sal inorgânico solúvel em água e agente de fluorescência sulfonado, cada partícula possuindo dimensões perpendiculares x, y e z, em que x é de 0,2 a 2 mm, y é de 2,5 a 8 mm (preferivelmente 3 a 8 mm), e z é de 2,5 a 8 mm (preferivelmente 3 a 8 mm), as partículas possuindo substancialmente o mesmo formato e tamanho.

[0010] A quantidade de revestimento contendo agente de fluorescência em cada partícula revestida pode ser de 5 a 45, preferivelmente de 10 a 45, mais preferivelmente de 20 a 35% em peso das partículas.

[0011] A quantidade percentual da composição de partículas compreendendo o núcleo e o revestimento contendo agente de fluorescência é preferivelmente de pelo menos 85%.

[0012] As partículas revestidas preferivelmente ainda compreendem de 0,001 a 3% em peso de perfume.

[0013] O núcleo das partículas revestidas preferivelmente compreende menos que 5% em peso, ainda mais preferivelmente menos que 2,5% em peso de materiais inorgânicos.

[0014] O revestimento preferivelmente compreende agente de fluorescência sulfonado e carbonato de sódio, opcionalmente misturados com uma pequena quantidade de carboximetilcelulose de sódio, e ainda, opcionalmente, misturados com um ou mais dentre silicato de sódio, corante tonalizante e pigmento ou corantes coloridos solúveis em água, ou dispersíveis em água.

[0015] As partículas detergentes são de preferência esferoides achatados com diâmetro de 3 a 6 mm e espessura de 1 a 2 mm.

[0016] Pelo menos parte, e preferivelmente uma porção principal por número de partículas pode possuir cor diferente do branco.

[0017] As partículas podem ser embaladas em qualquer um dos tipos empregados de embalagens convencionais. A embalagem pode ser de qualquer tamanho conveniente.

[0018] Composições com até 100% em peso das partículas são possíveis quando aditivos básicos são incorporados nas partículas extrudadas, ou no revestimento das mesmas. A composição pode também compreender, por exemplo, um grânulo antiespumante. A partícula detergente revestida preferivelmente possui uma relação de núcleo para revestimento de 3 a 1:1 em peso, mais preferivelmente 2,5 a 1,5 para 1, e opcionalmente cerca de 2:1.

O Agente de Fluorescência

[0019] A partícula detergente revestida compreende um agente fluorescente sulfonado ou agente de fluorescência (branqueador óptico) no revestimento. Os agentes fluorescentes são bem conhecidos, e muitos tais agentes fluorescentes estão disponíveis comercialmente. Geralmente, estes agentes fluorescentes são supridos e utilizados na forma de seus sais metálicos alcalinos, por exemplo, os sais de sódio. A quantidade total de agente, ou agentes fluorescente(s) utilizados na composição é geralmente de 0,005 a 2% em peso, mais preferivelmente 0,01 a 1% em peso.

[0020] O agente de fluorescência é sulfonado. Adequadamente, ele é utilizado na forma de seu sal de sódio. O agente de fluorescência adequado pode ser selecionado a partir do grupo compreendendo diestirilbifenilas dissulfonadas, triazinilaminoestilbenos dissulfonados, bis(1,2,3-triazol-2-il)estilbenos, bis(benzo[b]furano-2-il)bifenis, e 1,3-difenil-2-pirazolinas.

[0021] Agentes de fluorescência preferidos são 4,4'-bis(2-sulfoestiril)bifenil dissódico, (4-estiril-3-sulfofenil)-2H-naftol[1,2-d]triazol sódico, dissulfonato de 4,4'-bis{[(4-anilino-6-(N metil-N-2 hidroxietil) amino 1,3,5-triazin-2-il)]amino} estilbeno-2-2' dissódico, dissulfonato 4,4'-bis{[(4-anilino-6-morfolino-1,3,5-triazin-2-il)]amino} estilbeno-2-2' dissódico, Tinopal® DMS é o sal dissódico de dissulfonato de 4,4'-bis{[(4-anilino-6-morfolino-1,3,5-triazin-2-il)]amino} estilbeno-2-2'. 4,4'-bis-(2-dietanolamino-4-anilino-s-triazin-6-ilamino) estilbeno-2,2'-dissulfonato; 4,4'-bis-(2,4-dianilino-s-triazin-6-ilamino) estilbeno-2.2'-dissulfonato; 414'-bis-(4-fenil-2,lI3-triazol-2-il)estilbeno-2,2'-dissulfonato; 4,4'-bis- (2-anilino-4(l-metil-2-hidroxi-etilamino)-s-triazin-6-ilamino) estilbeno-2,2'-dissulfonato; 2-(estilbil-4”-nafto-l.,2':4,5)-l,2,3-trizol-2”-sulfonato.

[0022] Agentes de fluorescência particularmente preferidos são Tinopal (Marca Registrada) CBS-X, compostos de ácido di-sulfônico de di-amina estilbeno, por exemplo, Tinopal DMS pure Xtra e Blankophor (Marca Registrada) HRH, compostos de pirazolina, por exemplo, Blankophor SN e Tinopal® CBS, o sal dissódico de 4,4'-bis(2-suIfoestiril)bifenil.

[0023] Tinopal® DMS e Tinopal® CBS estão disponíveis pela BASF, Basileia, Suíça.

[0024] Preferivelmente, um corante, mais preferivelmente um corante azul, também está incluído na solução de revestimento.

[0025] A colocação do agente de fluorescência no revestimento não somente melhora a aparência do revestimento, mas também reduz a transmissão de luz ultravioleta ao núcleo de partícula. Isto é vantajoso se houver componentes no núcleo que seriam danificados pela radiação UV, particularmente radiação UVB que pode desativar enzimas tais como protease, mesmo em níveis muito

baixos de radiação. Esta vantagem se torna particularmente importante se as partículas são distribuídas em um recipiente transparente, tal como seria normalmente utilizado para uma composição líquida. Recipientes transparentes adequados são fabricados a partir de PET transmissor de UV ou polipropileno clarificado.

Descrição Detalhada da Invenção

[0026] As partículas são formadas a partir de um núcleo compreendendo surfatante e um revestimento ou envoltório aplicado ao núcleo. A aparência das partículas revestidas é muito agradável se a partícula de núcleo for formada por extrusão.

Fabricação das Partículas

[0027] Um processo de fabricação preferido é definido no documento PCT/EP2010/055256. Ele compreende a mistura de surfactantes e, em seguida, a secagem deles a um baixo teor de umidade menor que 1%. Dispositivos de película raspada podem ser utilizados. Uma forma preferida de dispositivo de película raspada é um evaporador de película deslizante. Um evaporador de película deslizante adequado é o "sistema Dryex" baseado em um evaporador de película deslizante disponível pela Ballestra S.p.A.. Equipamentos de secagem alternativos incluem secadores de tipo tubo, tal como um secador Chemithon Turbo Tube®, e secadores de sabão. O material quente que sai pelo secador de película raspada é subsequentemente resfriado e quebrado em pedaços de tamanhos adequados para alimentar a extrusora. O resfriamento e a quebra em flocos simultânea podem ser realizados convenientemente utilizando um rolo frio. Se os flocos do rolo frio não forem adequados para alimentação direta à extrusora, então eles podem ser moídos em um aparelho de moagem e/ou eles podem ser misturados com outros ingredientes líquidos ou sólidos em um aparelho de mistura e moagem, tal como um moinho de fita. Tal material moído ou misturado é desejavelmente de tamanho de partícula 1 mm ou menos para alimentar à extrusora.

[0028] É particularmente vantajosa a adição de um auxiliar de moagem neste ponto do processo. O material particulado com um tamanho de partícula médio de 10 nm a 10 µm é preferido para uso como um auxílio de moagem. Dentre estes materiais, podem ser mencionados, a título de exemplo: aerosil®, alusil®, e microsil®.

Extrusão e Corte

[0029] A mistura de surfatante secada é, em seguida, extrudada. A extrusora proporciona oportunidades adicionais para misturar ingredientes diferentes de surfatantes, ou até mesmo alimentar surfatantes adicionais. Entretanto, é geralmente preferido que todos os surfatantes aniônicos, ou outros surfactantes sejam fornecidos em mistura com água; isto é, como uma pasta ou como solução, sendo adicionados no secador para garantir que o teor de água possa ser reduzido, e o material alimentado à extrusora seja suficientemente seco. Materiais adicionais que podem ser misturados na extrusora são, assim, principalmente aqueles que são utilizados em níveis muito baixos em uma composição detergente: tal como um agente de fluorescência, corante tonalizante, enzimas, perfume, antiespumantes de silicone, aditivos poliméricos e conservantes. Foi descoberto que o limite em tais materiais adicionais misturados na extrusora é de cerca de 10% em peso, mas é preferido, para que a qualidade do produto seja ideal, mantê-lo em um máximo de 5% em peso. Os aditivos sólidos são geralmente preferidos. Os líquidos, tais como os perfumes, podem ser adicionados em níveis até 2,5% em peso, de preferência até 1,5% em peso. Materiais ou reforçadores estruturantes (absorventes de líquido) de particulados sólidos, tais como zeólita, carbonato, silicato, são preferivelmente não adicionados á mistura sendo extrudada. Estes materiais não são necessários devido às propriedades auto-estruturantes do material de alimentação a base de LAS muito seco. Se forem utilizados, a quantidade total deve ser menos que 5% em peso, preferivelmente menos que 4% em peso, mais preferivelmente menos que 3% em peso. Em tais níveis, não ocorre nenhuma estruturação significativa, e o material particulado inorgânico é

adicionado para um propósito diferente, por exemplo, como um auxiliar de fluxo para melhorar a alimentação de partículas à extrusora.

[0030] A saída da extrusora possui forma definida pela placa de corante utilizada. O material extrudado possui uma tendência de inchar no centro em relação à periferia. Descobrimos que se um extrudado cilíndrico é fatiado regularmente assim que sai da extrusora, as formas resultantes são cilindros curtos com duas extremidades convexas. Estas partículas são descritas neste documento como esferoides achatados, ou lentilhas. Este formato é visualmente agradável.

Revestimento

[0031] As partículas extrudadas fatiadas são, em seguida, revestidas. O revestimento permite que as partículas sejam facilmente coloridas. O revestimento torna as partículas mais adequadas para uso em composições detergentes que possam ser expostas a alta umidade por períodos longos.

[0032] As partículas extrudadas podem ser consideradas esferoides achatados com um raio maior “a" e um raio menor “b". Assim, a relação de área de superfície (S) para volume (V) pode ser calculada como:

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

onde ϵ é a excentricidade da partícula.

[0033] Embora o técnico no assunto possa presumir que qualquer revestimento conhecido pode ser utilizado, por exemplo, orgânico, incluindo polímeros, foi descoberto que o uso de um revestimento inorgânico depositado por cristalização a partir de uma solução aquosa é particularmente vantajoso, uma vez que parece fornecer benefícios de dissolução positivos e o revestimento fornece uma boa cor à partícula detergente, mesmo em baixos níveis de revestimento. Uma pulverização aquosa de solução de revestimento em um leito fluidizado pode também gerar um arredondamento ainda mais leve das partículas detergentes durante o processo de fluidização.

[0034] Soluções de revestimento inorgânico adequadas incluem carbonato de

sódio, possivelmente em mistura com sulfato de sódio, e cloreto de sódio. Corantes alimentares, corantes tonalizantes, agentes de fluorescência e outros modificadores ópticos podem ser adicionados ao revestimento através da dissolução dos mesmos na solução de pulverização ou dispersão. O uso de um sal reforçador tal como carbonato de sódio é particularmente vantajoso porque ele permite que a partícula detergente possua um desempenho ainda melhor através do tamponamento do sistema em uso em um pH ideal para detergência máxima do sistema surfatante aniônico. Ele também aumenta a força iônica, a qual é conhecida por melhorar a limpeza em água dura, e é compatível com outros ingredientes detergentes que podem ser misturados com as partículas detergentes extrudadas revestidas. Se um leito fluidizado for utilizado para aplicar a solução de revestimento, o técnico no assunto saberá como ajustar as condições de pulverização em termos de número de Stokes e possivelmente número de Akkermans (FNm) de modo que as partículas sejam revestidas e não fiquem significativamente aglomeradas. Ensinamentos adequados para auxiliar nisto podem ser encontrados nos documentos EP1187903, EP993505 e *Powder technology* 65 (1991) 257 a 272 (Ennis).

[0035] Será apreciado pelos técnicos no assunto que diversas camadas de revestimento, do mesmo material ou de materiais de revestimento diferentes, poderiam ser aplicados, porém, uma única camada de revestimento é preferida, por simplicidade de operação, e para maximizar a espessura do revestimento. A quantidade de revestimento deve situar-se na faixa de 3 a 50% em peso da partícula, preferivelmente 20 a 40% em peso para os melhores resultados em termos de propriedades anti-aglutinantes das partículas detergentes.

A Composição Detergente Particulada Extrudada

[0036] As partículas revestidas dissolvem facilmente em água e deixam muito poucos ou nenhum resíduo na dissolução, devido à ausência de materiais estruturantes insolúveis, tais como zeólita. As partículas revestidas possuem uma aparência visual excepcional, devido à suavidade do revestimento

acoplada à suavidade das partículas subjacentes, o que também acredita-se que seja um resultado da falta de material estruturante de particulados nas partículas extrudadas.

[0037] Composições com até 100% em peso das partículas são possíveis quando aditivos básicos são incorporados nas partículas extrudadas, ou no revestimento das mesmas. A composição pode também compreender, por exemplo, um grânulo antiespumante.

Forma e Tamanho

[0038] As partículas detergentes revestidas são maiores e menos esféricas que os pós detergentes convencionais. A partícula detergente revestida é preferivelmente encurvada. A partícula detergente revestida é mais preferivelmente lenticular (em forma de uma lentilha seca inteira), um elipsoide achatado, onde z e y são os diâmetros equatoriais, e x é o diâmetro polar; preferivelmente, y = z. O tamanho é de modo que y e z sejam pelo menos 2,5 5 mm, preferivelmente pelo menos 4 mm, e x se situa na faixa de 0,2 a 2 mm, preferivelmente 1 a 2 mm.

[0039] A partícula detergente revestida para lavagem de roupas pode possuir a forma de um disco.

Composição de Núcleo.

[0040] O núcleo é primariamente surfatante. Ele pode também incluir aditivos de detergentes, tais como perfume, corante tonalizante, enzimas, polímeros de limpeza e polímeros de liberação de manchas.

Surfatante

[0041] A partícula detergente revestida para lavagem de roupas compreende entre 40 e 90% em peso de um surfatante, mais preferivelmente 55 a 90% em peso. Em geral, os surfatantes não-iônicos e aniônicos do sistema surfatante podem ser escolhidos a partir dos surfatantes descritos no documento "*Surface Active Agents*" Vol. 1, por Schwartz & Perry, Interscience 1949, Vol. 2 por Schwartz, Perry & Berch, Interscience 1958, na edição atual de "*McCutcheon's Emulsifiers and Detergents*" publicado pela Manufacturing Confectioners

Company ou no documento "*Tenside Taschenbuch*", H. Stache, 2nd Edn., Carl Hauser Verlag, 1981. Preferivelmente, os surfatantes utilizados são saturados.

1) Surfatantes Aniônicos

[0042] Compostos detergentes aniônicos adequados que podem ser utilizados são geralmente sais metálicos alcalinos solúveis em água de sulfatos e sulfonatos orgânicos possuindo radicais alquílicos contendo de cerca de 8 a cerca de 22 átomos de carbono, o termo alquila sendo utilizado para incluir a porção alquílica de radicais de acilas de mais alto peso molecular. Exemplos de compostos detergentes aniônicos sintéticos adequados são sulfatos alquílicos de sódio e potássio, especialmente aqueles obtidos através da sulfatação de álcoois C8 a C18 de mais alto peso molecular, produzidos, por exemplo, a partir de óleo de sebo ou de coco, benzeno sulfonatos de sódio ou potássio de alquila C9 a C20, particularmente benzeno sulfonatos de sódio de alquila C10 a C15 secundária linear; e sulfatos de éter gliceril de sódio de alquila, especialmente os éteres de álcoois de mais alto peso molecular derivados de óleo de sebo ou de coco e álcoois sintéticos derivados de petróleo. Os surfatantes aniônicos mais preferidos são lauril éter sulfato de sódio (SLES), particularmente preferido com 1 a 3 grupos etóxi, benzeno sulfonatos de sódio de alquila C10 a C15, e sulfatos de sódio de alquila C12 a C18. Também aplicáveis são surfatantes tais como aqueles descritos no documento EP-A-328 177 (Unilever), os quais mostram resistência à precipitação, os surfatantes de poliglicosídeo alquílico descritos no documento EP-A-070074, e monoglicosídeos alquilicos. As cadeias dos surfatantes podem ser ramificadas ou lineares.

[0043] Sabões podem também estar presentes. O sabão de ácido graxo utilizado preferivelmente contém de cerca de 16 a cerca de 22 átomos de carbono, preferivelmente em uma configuração de cadeira reta. A contribuição aniônica do sabão pode ser de 0 a 30% em peso dos aniônicos totais. O uso de mais de 10% em peso de sabão não é preferido.

[0044] Preferivelmente, pelo menos 50% em peso do surfactante aniônico é

selecionado a partir de: benzeno sulfonatos de sódio de alquila C11 a C15; e, sulfatos de sódio de alquila C12 a C18.

[0045] Preferivelmente, o surfatante aniônico está presente na partícula detergente revestida para lavagem de roupas em níveis entre 15 a 85% em peso, mais preferivelmente 50 a 80% em peso.

2) Surfatantes Não-Iônicos

[0046] Compostos detergentes não-iônicos adequados que podem ser utilizados incluem, em particular, os produtos de reação de compostos possuindo um grupo hidrofóbico e um átomo de hidrogênio reativo, por exemplo, álcoois alifáticos, ácidos, amidas ou alquilfenóis com óxidos de alquileno, especialmente óxido de etileno sozinho ou com óxido de propileno. Os compostos detergentes não-iônicos preferidos são condensados de óxido de alquilfenol-etileno C6 a C22, geralmente 5 a 25 EO, isto é, 5 a 25 unidades de óxido de etileno por molécula, e os produtos de condensação de álcoois lineares ou ramificados primários ou secundários C8 a C18 alifáticos com óxido de etileno, geralmente 5 a 50 EO. Preferivelmente, os não-iônicos são de 10 a 50 EO, mais preferivelmente 20 a 35 EO. Os etoxilados alquílicos são particularmente preferidos.

[0047] Preferivelmente, o surfatante não-iônico está presente na partícula detergente revestida para lavagem de roupas em níveis entre 5 a 75% em peso, mais preferivelmente 10 a 40% em peso.

[0048] Um surfatante catiônico pode estar presente como ingrediente secundário, preferivelmente entre 0 e 5% em peso.

[0049] Preferivelmente, todos os surfatantes são misturados antes de serem secados. Equipamentos de mistura convencionais podem ser utilizados. O núcleo surfatante da partícula detergente para lavagem de roupas pode ser formado através de compactação por rolos e subsequentemente revestido com um sal inorgânico.

Sistema Surfatante Tolerante a Cálcio

[0050] Em outro aspecto, o núcleo é tolerante a cálcio, e este é um aspecto

preferido porque isto reduz a necessidade de um reforçador.

[0051] Misturas de surfatantes que não exigem a presença de reforçadores para detergência eficaz em água dura são preferidas. Tais misturas são chamadas misturas surfatantes tolerantes a cálcio se elas passarem no teste definido a seguir. Entretanto, a invenção pode também ser de uso para lavagem com água mole, seja de ocorrência natural ou feita utilizando um amaciador de água. Neste caso, a tolerância a cálcio não é mais importante, e misturas diferentes das tolerantes a cálcio podem ser utilizadas.

[0052] A tolerância a cálcio da mistura surfatante é testada conforme a seguir:

[0053] A mistura surfatante em questão é preparada em uma concentração de 0,7 g sólidos de surfatante por litro de água contendo íons cálcio suficientes para fornecer uma dureza em Grau Francês de 40 (Ca^{2+} $4x10^{-3}$ Molar). Outros eletrólitos livres de íons de dureza, tais como cloreto de sódio, sulfato de sódio, e hidróxido de sódio são adicionados à solução para ajustar a força iônica para 0,05 M e o pH a 10. A adsorção de luz de comprimento de onda de 540 nm através de 4 mm da amostra é medida 15 minutos após a preparação da amostra. Dez medições são feitas, e um valor médio é calculado. As amostras que fornecem um valor de absorção menor que 0,08 são consideradas tolerantes a cálcio.

[0054] Exemplos de misturas surfactantes que satisfazem o teste acima para tolerância a cálcio incluem as que possuem uma parte maior de surfactante de LAS (o qual não é tolerante a cálcio por si só) misturado com um ou mais outros surfactantes (co-surfatantes) que são tolerantes a cálcio para fornecer uma mistura que seja suficientemente tolerante a cálcio para ser útil cm pouco ou nenhum reforçador, e para passar no dado teste. Os co-surfatantes tolerantes a cálcio adequados incluem SLES 1-7EO, e surfatantes não-iônicos etoxilados alquílicos, particularmente aqueles com pontos de fusão menores que 40°C.

[0055] Uma mistura surfactante de LAS/SLES possui um perfil de espuma superior a uma mistura surfatante não-iônica de LAS e é, portanto, preferida

para formulações de lavagem manual que exigem altos níveis de espuma. O SLES pode ser utilizado em níveis até 30%. Uma partícula detergente de lavagem de roupas revestida tolerante a cálcio preferida compreende de 15 a 100% em peso de surfatante aniônico, dos quais 20 a 30% em peso são lauril éter sulfato de sódio.

[0056] Uma mistura surfatante de LAS/NI proporciona uma partícula mais dura, e seu perfil de baixa espuma a torna mais adequada para uso em máquina de lavar automática.

O Revestimento

[0057] Os componentes principais do revestimento são um sal inorgânico solúvel em água e um agente de fluorescência sulfonado. O agente de fluorescência é conforme descrito acima. Outros ingredientes compatíveis com água podem ser incluídos no revestimento. Por exemplo, polímeros formadores de película, tais como carboximetilcelulose sódica, corante tonalizante, silicato, pigmentos e corantes.

Sais Inorgânicos Solúveis em Água

[0058] Os sais inorgânicos solúveis em água são preferivelmente selecionados a partir de carbonato de sódio, cloreto de sódio, silicato de sódio e sulfato de sódio, ou misturas dos mesmos, mais preferivelmente 70 a 100% em peso de carbonato de sódio. O sal inorgânico solúvel em água está presente como um revestimento sobre a partícula. O sal inorgânico solúvel em água está preferivelmente presente em um nível que reduz a aglutinação da partícula detergente de lavagem de roupas a um ponto onde as partículas fluem livremente.

[0059] Será apreciado pelos técnicos no assunto que diversas camadas de revestimento, do mesmo material ou de materiais de revestimento diferentes, podem ser aplicados, porém, uma única camada de revestimento é preferida, por simplicidade de operação, e para maximizar a espessura do revestimento. A quantidade de revestimento deve se situar na faixa de 6 a 45% em peso da partícula, preferivelmente 20 a 40% em peso, ainda mais preferivelmente 25 a

35% em peso para os melhores resultados em termos de propriedades anti-aglutinantes das partículas detergentes e controle do fluxo a partir da embalagem.

[0060] O revestimento é aplicado à superfície do núcleo surfactante, através da cristalização de uma solução aquosa do sal inorgânico solúvel em água. A solução aquosa preferivelmente contém mais do que 50 g/L, mais preferivelmente 200 g/L do sal. Foi descoberto que uma pulverização aquosa da solução de revestimento em um leito fluidizado fornece bons resultados e pode também gerar um leve arredondamento das partículas detergentes durante o processo de fluidização. A secagem e/ou o resfriamento podem ser necessários para finalizar o processo.

[0061] Através do revestimento de grandes partículas detergentes da invenção atual, a espessura do revestimento obtenível pelo uso de um nível de revestimento de, digamos, 5% em peso, é muito maior que o que seria obtido em grânulos detergentes de tamanho típico (0,5 a 2 mm de diâmetro de esfera).

[0062] Para propriedades de dissolução ideais, esta relação entre área de superfície e volume deve ser maior do que 3 mm^{-1}. Entretanto, a espessura do revestimento é inversamente proporcional a este coeficiente, e assim, para o revestimento, a relação “Área de superfície da partícula revestida" dividida pelo “Volume da partícula revestida” deve ser inferior a 15 mm^{-1}.

A Partícula Detergente Revestida

[0063] As partículas detergentes revestidas compreendem de 70 a 100% em peso, preferivelmente 85 a 90% em peso, de uma composição detergente.

[0064] Preferivelmente, as partículas detergentes revestidas são substancialmente do mesmo formato e tamanho, entende-se por isso que pelo menos 90 a 100% das partículas detergentes revestidas nas dimensões x, y e z estão dentro de uma variável de 20%, preferivelmente 10% da maior para a menor partícula detergente revestida na dimensão correspondente.

Teor de Água

[0065] As partículas revestidas preferivelmente compreendem de 0 a 15% em peso de água, mais preferivelmente 0 a 10% em peso, mais preferivelmente de 1 a 5% em peso de água, em 293 K e umidade relativa 50%. Isto facilita a estabilidade de armazenamento da partícula e de suas propriedades mecânicas.

Outros ingredientes

[0066] Os ingredientes descritos abaixo podem estar presentes no revestimento ou no núcleo.

Corante

[0067] Corantes podem ser vantajosamente adicionados ao revestimento; podem também, ou alternativamente, ser adicionados ao núcleo. Nesse caso, preferivelmente, o corante é dissolvido no surfatante antes do núcleo ser formado.

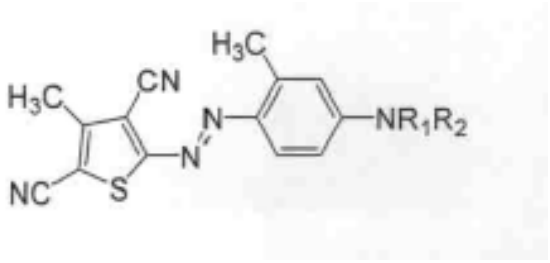
[0068] Corantes são descritos no documento *Industrial Dyes* editado por K.Hunger 2003 Wiley-VCH ISBN 3-527-30426-6.

[0069] Corantes são selecionados a partir de corantes aniônicos e não-iônicos. Os corantes aniônicos são carregados negativamente em um meio aquoso em pH 7. Exemplos de corantes aniônicos são encontrados nas classes de corantes ácidos e diretos no índice de cores (*Society of Dyers and Colourists e American Association of Textile Chemists and Colorists*). Os corantes aniônicos preferivelmente contêm pelo menos um grupo sulfonato ou carboxilato. Os corantes não iônicos não são carregados em um meio aquoso em pH 7, exemplos são encontrados na classe de corantes dispersos no índice de cores.

[0070] Os corantes podem ser alcoxilados. Corantes alcoxilados são preferivelmente da seguinte forma genérica: Corante-NR1R2. O grupo NR1R2 é ligado a um anel aromático do corante. R1 e R2 são independentemente selecionados a partir de cadeias de polioxialquileno possuindo 2 ou mais unidades repetidas e preferivelmente possuindo 2 a 20 unidades repetidas. Exemplos de cadeias de polioxialquileno incluem óxido de etileno, óxido de propileno, óxido de glicidol, ótido de butileno e misturas dos mesmos.

[0071] Uma cadeia de polioxialquileno preferida é [(CH2CR3HO)x(CH2CR4HO)yR5), em que x+y ≤ 5, em que y ≥ 1 e z = 0 a 5, R3 é selecionado a partir de: H; CH3; CH2O(CH2CH2O)zH e misturas dos mesmos; R4 é selecionado a partir de: H; CH2O(CH2CH2O)zH e misturas dos mesmos; e, R5 é selecionado a partir de: H e CH3.

[0072] Um corante alcoxilado preferido para uso na invenção é:



[0073] Preferivelmente, o corante é selecionado dentre corantes ácidos; corantes dispersos e corantes alcoxilados.

[0074] Mais preferivelmente, o corante é um corante não-iônico.

[0075] Preferivelmente, o corante é selecionado dentre os que possuem: cromóforos de antraquinona; mono-azo; bis-azo; xanteno; ftalocianina; e, fenazina. Mais preferivelmente, o corante é selecionado dentre os que possuem: cromóforos de antraquinona e mono-azo.

[0076] Em um processo preferido, o corante é adicionado à pasta de revestimento e agitado antes de aplicá-lo ao núcleo da partícula. A aplicação pode ser por qualquer método adequado, preferivelmente pulverizando-o à partícula de núcleo, conforme detalhado acima.

[0077] O corante pode ser qualquer cor, preferivelmente, o corante é azul, violeta, verde ou vermelho. Mais preferivelmente, o corante é azul ou violeta.

[0078] Preferivelmente, o corante é selecionado dentre: azul ácido 80, azul ácido 62, violeta ácido 43, verde ácido 25, azul direto 86, azul ácido 59, azul ácido 98, violeta direto 9, violeta direto 99, violeta direto 35, violeta direto 51, violeta ácido 50, amarelo ácido 3, vermelho ácido 94, vermelho ácido 51, vermelho ácido 95, vermelho ácido 92, vermelho ácido 98, vermelho ácido 87, amarelo ácido 73, vermelho ácido 50, violeta ácido 9, vermelho ácido 52, preto

alimentar 1, preto alimentar 2, vermelho ácido 163, preto ácido 1, laranja ácido 24, amarelo ácido 23, amarelo ácido 40, amarelo ácido 11, vermelho ácido 180, vermelho ácido 155, vermelho ácido 1, vermelho ácido 33, vermelho ácido 41, vermelho ácido 19, laranja ácido 10, vermelho ácido 27, vermelho ácido 26, laranja ácido 20, laranja ácido 6, ftalocianinas de Al e de Zn sulfonadas, violeta solvente 13, violeta disperso 26, violeta disperso 28, verde solvente 3, azul solvente 63, azul disperso 56, violeta disperso 27, amarelo solvente 33, azul disperso 79:1.

[0079] O corante é preferivelmente um corante tonalizante para causar uma percepção de brancura a um artigo têxtil em lavanderia.

[0080] O corante pode ser ligado covalentemente a espécies poliméricas.

[0081] Uma combinação de corantes pode ser utilizada.

Perfume

[0082] Preferivelmente, a composição compreende um perfume. O perfume está preferivelmente na faixa de 0,001 a 3% em peso, mais preferivelmente 0,1 a 1% em peso. Muitos exemplos adequados de perfumes são providos no guia de compradores internacionais de 1992 da associação CTFA (Cosmetic, Toiletry and Fragrance Association), publicado pela CFTA Publications, e no diretório de compradores de produtos químicos de 1993, 80th Annual Edition da OPD, publicado pela Schanell Publishing Co.

[0083] É comum que uma pluralidade de componentes de perfumes esteja presente em uma formulação. Nas composições da presente invenção, é previsto que haverá quatro ou mais, preferivelmente cinco ou mais, mais preferivelmente seis ou mais, ou mesmo sete ou mais diferentes componentes de perfume.

[0084] Nas misturas de perfumes, preferivelmente 15 a 25% em peso são fragrâncias acentuadas. As fregrâncias acentuadas são definidas por *Poucher* (*Journal of the Society of Cosmetic Chemists* 6(2):80 [1955]). As fragrâncias acentuadas preferidas são selecionadas dentre óleos cítricos, linalol, acetato de linalila, lavanda, diidromircenol, óxido de rosa e cis-3-hexanol.

[0085] O perfume pode ser adicionado ao núcleo como um líquido ou como partículas de perfume encapsuladas. O perfume pode ser misturado com um material não-iônico e aplicado como um revestimento das partículas extrudadas, por exemplo, ao pulverizá-lo misturado com surfatante não-iônico fundido. O perfume pode também ser introduzido na composição por meio de um grânulo de perfume separado, e, então, a partícula detergente não precisa compreender qualquer perfume.

[0086] É preferido que as partículas detergentes revestidas não contenham nenhum alvejante peroxigenado, por exemplo, percarbonato de sódio, perborato de sódio, perácido.

Polímeros

[0087] A composição pode compreender um ou mais polímeros adicionais. Exemplos incluem carboximetil-celulose, poli(etileno glicol), poli(álcool vinílico), iminas de polietileno, iminas de polietileno etoxilado, policarboxilatos polímeros de poliéster solúveis em água, tais como poliacrilatos, copolímeros de ácido maleico/acrílico e copolímeros de ácido de metacrilato de laurila/acrílico.

Enzimas

[0088] Uma ou mais enzimas estão preferivelmente presentes na composição.

[0089] Preferivelmente, o nível de cada enzima é de 0,0001% em peso a 0,5% em peso de proteína.

[0090] Enzimas especialmente contempladas incluem proteases, alfa-amilases,celulases, lipases, peroxidases/oxidases, pectato liases, e mananases, ou misturas das mesmas.

[0091] Lipases adequadas incluem as de origem bacteriana ou fúngica. Mutantes quimicamente modificadas ou de proteínas engenheiradas são também incluídas. Exemplos de lipases úteis incluem lipases de *Humicola* (sinônimo *Thermomyces*), por exemplo, de *H. lanuginosa* (*T. lanuginosus*) conforme descrito nos documentos EP 258 068 e EP 305 216 ou de *H. insolens* conforme descrito no documento WO 96/13580, uma lipase de *Pseudomonas*, por exemplo, da estirpe *P. alcaligenes* ou *P. pseudoalcaligenes* (EP 218 272),

P. cepacia (EP 331 376), *P. stutzeri* (GB 1,372,034), *P. fluorescens*, *Pseudomonas sp.* SD 705 (WO 95/06720 e WO 96/27002), *P. wisconsinensis* (WO 96/12012), uma lipase de *Bacillus*, por exemplo, de *B. subtilis* (Dartois et al. (1993), *Biochemica et Biophysica Acta*, 1131, 253-360), *B. stearothermophilus* (JP 64/744992) ou *B. pumilus* (WO 91/16422).

[0092] Outros exemplos são variantes de lipases tais como as descritos nos documentos WO 92/05249, WO 94/01541, EP 407 225, EP 260 105, WO 95/35381, WO 96/00292, WO 95/30744, WO 94/25578, WO 95/14783, WO 95/22615, WO 97/04079 e WO 97/07202, WO 00/60063, WO 09/107091 e W009/111258.

[0093] Enzimas de lipase preferidas incluem Lipolase™ e Lipolase Ultra™, Lipex™ (Novozymes A/S) e Lipoclean™.

[0094] O método da invenção pode ser realizado na presença de fosfolipase classificada como EC 3.1.1.4 e/ou EC 3.1.1.32. Conforme utilizado neste documento, o termo fosfolipase é uma enzima que possui atividade voltada para fosfolipídios.

[0095] Os fosfolipídios, tais como lecitina ou fosfatidilcolina, consistem em glicerol esterificado com dois ácidos graxos em uma posição externa (sn-1) e nas posições do meio (sn-2) e esterificados com ácido fosfórico na terceira posição; o ácido fosfórico, por sua vez, pode ser esterificado a um amino- 5 álcool. As fosfolipases são enzimas que participam na hidrólise de fosfolipídios. Diversos tipos de atividades de fosfolipase podem ser distinguidos, incluindo fosfolipases A1 e A2, as quais hidrolisam um grupo acila graxo (nas posições sn-1 e Sn-2, respectivamente) para formar lisofosfolipídios; e a lisofosfolipase (ou fosfolipase B) que pode hidrolisar o grupo acila graxo restante no 10 lisofosfolipídio. A fosfolipase C e a fosfolipase D (fosfodiesterases) liberam diacilglicerol ou ácido fosfatídico, respectivamente.

[0096] Proteases adequadas incluem as de origem animal, vegetal ou microbiana. A origem microbiana é preferida. Mutantes quimicamente modificadas ou de proteínas engenheiradas são também incluídas. A protease

pode ser uma serina protease ou uma metalo protease, preferivelmente uma protease microbiana alcalina ou uma protease semelhante à tripsina. Enzimas de protease adequadas incluem Alcalase™, Savinase™, Primase™, Duralase™, Dyrazym™, Esperase™, Everlase™, Polarzyme™, e Kannase™, (Novozymes A/S), Maxatase™, Maxacal™, Maxapem™, Properase™, Purafect™, Purafect OxP™, FN2™, e FN3™ (Genencor International Inc.).

[0097] O método da invenção pode ser realizado na presença de cutinase. classificada em EC 3.1.1.74. A cutinase utilizada de acordo com a invenção pode ser de qualquer origem. Preferivelmente, as cutinases são de origem microbiana, em particular de origem bacteriana, fúngica ou de levedura.

[0098] Amilases adequadas (alfa ou beta) incluem as de origem bacteriana ou fúngica. Mutantes quimicamente modificadas ou de proteínas engenheiradas são também incluídas. Amilases incluem, por exemplo, alfa-amilases obtidas a partir de *Bacillus*, por exemplo, uma estirpe especial de *B. licheniformis*, descrita em mais detalhes no documento GB 1296839, ou as estirpes de *Bacillus sp.* reveladas nos documentos WO 95/026397 ou WO 00/060060. Amilases adequadas são Duramyl™, Termamyl™, Termamyl Ultra™, Natalase™, Stainzyme™, Fungamyl™ e BAN™ (Novozymes A/S), Rapidase™ e Purastar™ (da Genencor International Inc.).

[0099] Celulases adequadas incluem as de origem bacteriana ou fúngica. Mutantes quimicamente modificadas ou de proteínas engenheiradas são também incluídas. Celulases adequadas incluem celulases dos gêneros *Bacillus*, *Pseudomonas*, *Humicola*, *Fusarium*, *Thielavia*, *Acremonium*, por exemplo, as celulases fúngicas produzidas por *Humicola insolens*, *Thielavia terrestris*, *Myceliophthora thermophila*, e *Fusarium oxysporum* reveladas nos documentos US 4.435.307, US 5.648.263, US 5.691.178, US 5.776.757, WO 89/09259, WO 96/029397 e WO 98/012307. As celulases incluem Celluzyme™, Carezyme™, Endolase™, Renozyme™ (Novozymes A/S), Clazinase™ e Puradax HA™ (Genencor International Inc.), e KAC-500(B)™ (Kao Corporation).

[0100] Peroxidases/oxidases adequadas incluem as de origem vegetal, bacteriana ou fúngica. Mutantes quimicamente modificadas ou de proteínas engenheiradas são também incluídas. Exemplos de peroxidases úteis incluem peroxidases de *Coprinus*, por exemplo, de *C. cinereus*, e variantes das mesmas, como as descritas nos documentos WO 93/24618, WO 95/10602, e WO 98/15257. As peroxidases incluem Guardzyme™ e Novozym™ 51004 (Novozymes A/S).

[0101] Enzimas adequadas adicionais são reveladas nos documentos W02009/087524, W02009/090576, W02009/148983 e W02008/007318.

Estabilizantes de Enzimas

[0102] Qualquer enzima presente na composição pode ser estabilizada utilizando agentes estabilizantes convencionais, por exemplo, um poliol tal como propileno glicol ou glicerol, um açúcar ou álcool de açúcar, ácido lático, ácido bórico, ou um derivado de ácido bórico, por exemplo, um éster aromático de borato, ou um derivado de ácido fenil borônico, tal como ácido 4-formilfenil borônico, e a composição pode ser formulada conforme descrita, por exemplo, nos documentos WO 92/19709 e WO 92/19708.

[0103] Sequestrantes podem estar presentes nas partículas detergentes.

[0104] A invenção será agora adicionalmente descrita em referência aos seguintes exemplos não limitativos.

Exemplos

Exemplo 1 e Exemplo Comparativo A

[0105] As matérias-primas de surfatante foram misturadas para fornecer uma pasta ativa de 67% em peso, compreendendo 85 partes de LAS e 15 partes de surfatante não-iônico.

[0106] As matérias-primas utilizadas foram:

[0107] Benzeno Sulfonato de Sódio de Alquila Linear (LAS): Unger Ufasan 65 Lutensol AO30 Não-iônico (NI) BASF

[0108] A pasta foi pré-aquecida à temperatura de alimentação e alimentada ao

topo de um evaporador de película deslizante para reduzir o teor de umidade e produzir uma mistura surfatante íntima sólida, a qual passou no teste de tolerância a cálcio. As condições utilizadas para produzir esta mistura de LAS/NI são dadas na Tabela 1:

Tabela 1

	Temperatura do vaso de revestimento	81 °C
Alimentação	Rendimento nominal	55 kg/h
	Temperatura	59 °C
	Densidade	1,08 kg/l
Produto	Umidade(KF*)	0,85%
	NaOH Livre	0,06%

*analisada pelo método de Karl Fischer

[0109] Na saídada base do evaporador de película deslizante, a mistura surfatante secada foi colocada sobre um rolo frio, onde foi resfriada a menos que 30°C.

[0110] Após deixar o rolo frio, as partículas de mistura de surfatante secas resfriadas foram moídas utilizando um moinho de martelo, Alusil® 2% foi também adicionado ao moinho de martelo como um auxiliar de moagem. O material moído resultante é higroscópico, e então foi armazenado em recipientes vedados. A composição moída seca resfriada foi alimentada a uma extrusora co-rotativa de rosca dupla equipada com uma placa de orifício moldada e uma lâmina de corte. Uma quantidade de outros componentes foi também administrada à extrusora conforme observado na Tabela 2:

Tabela 2

	Exemplo Comparativo A	Exemplo 1
Extrusora (núcleo)		
Mistura de LAS/NI	64,3	64,7
SCMC	1,0	1,0
Agente de fluorescência**	0,75	
Perfume	0,75	0,75

** O agente de fluorescência utilizado foi Tinopal CBSX – um agente de fluorescência sulfonado.

[0111] As partículas foram em seguida revestidas utilizando um leito fluidizado Strea 1. O revestimento foi adicionado como uma solução aquosa, e o revestimento foi concluído sob as condições dadas na Tabela 3. A porcentagem em peso do revestimento é baseada no peso da partícula revestida.

Tabela 3

Exemplo	A	Exemplo 1
Massa Sólida [kg]	1,25	1,25
Solulção de Revestimento	Carbonato de Sódio (30%)	Carbonato de Sódio (30%)
		Agente de fluorescência**
Massa da Solução de revestimento [kg]	1,8	1,8
Temperatura de Entrada de Ar [°C]	80	80
Temperatura de Saída de Ar [°C]	38	36
Taxa de Alimentação de Revestimento [g/min]	16	17
Temperatura de Alimentação de Revestimento [°C]	55	53

**O agente de fluorescência utilizado foi Tinopal CBSX – um agente de florescência sulfonado.

[0112] As propriedades do material medidas após revestimento são dadas na Tabela 4:

Tabela 4

	Exemplo A	Exemplo 1
Leito fluidizado (revestimento)		
Carbonato	27,5	28,2
Agente de fluorescência		0,75
Impurezas/Umidade	5,7	4,6
Cor	Amarelo/Verde	Esbranquiçada

[0113] O Exemplo 1 mostra que, surpreendentemente, a cor da partícula

revestida é melhorada quando se coloca o agente de fluorescência no revestimento, em vez do Exemplo Comparativo A, onde ele foi extrudado no núcleo da partícula. Este não foi o resultado esperado. Foi suposto que a partícula teria menos descoloração se o agente de fluorescência estivesse escondido no núcleo da partícula.

Exemplos 2 e 3

[0114] As partículas dos exemplos 2 e 3 foram preparadas conforme descrito para o exemplo 1.

[0115] A cor do produto desejada foi uma mistura de branco e azul.

Tabela 5

	Exemplo 2 (branco)	Exemplo 3 Azul e Branco	
Extrusora (núcleo)		Azul	Branco
Mistura de LAS/Não-iônicos	64,79	64,4	63,7
SCMC	1	1	1
Agente de fluorescência			
Perfume	1	1	1
Leito fluidizado (revestimento)			
Carbonato	30	31,2	30,5
Agente de fluorescência	0,21	0,32	0,04
Corante Azul	0	0,03	
Impurezas/Umidade	3	2,05	3,76

[0116] O Exemplo 2, como o exemplo 1, esteve, novamente, próximo do branco.

[0117] Ao combinar a maior parte do agente de fluorescência com um corante azul para a parte azul do Exemplo 3, uma melhoria adicional na parte branca deste Exemplo foi obtida. Além disso, o azul pareceu ser de uma cor mais brilhante que um exemplo comparativo sem inclusão de qualquer agente de fluorescência nas partículas azuis.

Exemplo Comparativo Tomando a Descrição do Documento DE 10 2006034 900 Ai e Aplicando-a à Partícula Detergente Grande.

1) Preparação da “solução” de Fluorescência

[0118] Uma mistura de 91,3 partes de Lutensol AO 7 foi colocada em um copo, e seu pH foi medido como 7. A esta, foram adicionadas 8,7 partes de Tinopal CBS-X que foram previamente moídas finamente utilizando um pilão e almofariz.

[0119] A mistura de Lutensol/Agente de fluorescência foi, em seguida, homogeneizada utilizando um homogeneizador de alto cisalhamento da Silverson (Modelo L4RT).

2) Preparação de extrudados de LAS/PAS/NI

[0120] 1100 g de mistura de surfatante seca e moída (LAS/PAS/NI 68/17/15 em peso) foram extrudados utilizando uma extrusora de rosca dupla ThermoFisher 24HC, operada em uma taxa de 8 kg/h. A temperatura de entrada da extrusora foi fixada em 20°C, subindo para 40°C pouco antes da chapa-molde. A chapa-molde utilizada era perfurada com 6 orifícios circulares de 5 mm de diâmetro.

[0121] O produto extrudado foi cortado após a placa-molde utilizando uma cortadora de alta velocidade configurada para produzir um produto de fluidez livre com espessura de 1 mm.

3) Revestimento de extrudados de LAS/PAS/NI com carbonato de sódio

[0122] 764 g dos extrudados do exemplo 2 foram carregados à câmara de fluidização do secador de leito fluidizado de laboratório Strea 1 (Aeromatic-Fielder AG), e revestidos por pulverização utilizando 1069 g de uma solução contendo 320,7g de carbonato de sódio em 748,3g de água desmineralizada, utilizando uma configuração de pulverização do topo.

[0123] A solução de revestimento foi alimentada ao bico de pulverização da Strea 1 através de uma bomba peristáltica (Watson-Marlow modelo 101 U/R) em uma taxa inicial de 3,3 g/min, subindo a 9,1 g/min durante o curso do processo de revestimento.

[0124] O revestidor de leito fluidizado foi operado com uma temperatura de ar na entrada de ar inicial de 55°C, aumentando para 90°C durante o curso do

processo de revestimento, enquanto se manteve a temperatura de saída na faixa de 45 a 50°C durante todo o processo de revestimento.

[0125] O produto resultante possuía livre fluidez.

4) Preparação de extrudado com agente de fluorescência

[0126] 93,5% em peso do extrudado de LAS/PAS/NI do (3) acima foram colocados em um misturador com tambor rotativo, e 3,9% em peso da preparação de Lutensol/Agente de fluorescência foram pulverizados sobre o mesmo. O produto resultante foi, em seguida, pulverizado com 2,6% em peso de Wessalith P.

[0127] A mistura resultante se formou em uma massa grudenta que não fluiu livremente.

5) Preparação de extrudado revestido com agente de fluorescência

[0128] 93,5% em peso do extrudado de LAS/PAS/NI do (4) acima foram colocados em um misturador com tambor rotativo, e 3,9% em peso da preparação de Lutensoi/Agente de fluorescência foram pulverizados sobre o mesmo. O produto resultante foi, em seguida, pulverizado com 2,6% em peso de Wessalith P.

[0129] A mistura resultante se formou em uma massa grudenta que não fluiu livremente.

Reivindicações

1. Composição detergente particulada, **caracterizada** por compreender:

(i) agente de fluorescência sulfonado;

(ii) mais de 40% em peso de surfatante de detergente;

(iii) sal inorgânico solúvel em água;

em que pelo menos 70% do número total de partículas na composição detergente particulada consiste em:

(a) um núcleo que consiste em surfatante e, opcionalmente, pelo menos um perfume, enzima, estabilizante de enzima, polímero de limpeza, polímero de liberação de limpeza, água, carboximetilcelulose, polietileno glicol, poli álcool vinilíco, iminas de polietileno, iminas de polietileno etoxilado, polímeros de poliéster solúveis em água, policarboxilato, poliacrilato, copolímero de ácido maleico/acrílico e copolímero de ácido de metacrilato de laurila/acrílico, e

(b) um revestimento consistindo em sal inorgânico solúvel em água e agente de fluorescência sulfonado e, opcionalmente, pelo menos um perfume, enzima, estabilizante de enzima, água, carboximetilcelulose, polietileno glicol, poli álcool vinilíco, iminas de polietileno, iminas de polietileno etoxilado, polímeros de poliéster solúveis em água, policarboxilato, poliacrilato, copolímero de ácido maleico/acrílico e copolímero de ácido de metacrilato de laurila/acrílico;

em que o revestimento é posicionado ao redor do núcleo, e em que cada partícula possui dimensões perpendiculares x, y e z, e

em que x é de 0,2 a 2 mm, y é de 2,5 a 8 mm, e z é de 2,5 a 8 mm.

2. Composição detergente particulada, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizada** pelo nível de agente de fluorescência na composição ser de 0,005% em peso a 2% em peso.

3. Composição detergente particulada, de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores, **caracterizada** pela quantidade de revestimento em cada partícula revestida ser de 5 a 45% em peso das partículas.

4. Composição detergente particulada, de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores, **caracterizada** por pelo menos 85% do número total de partículas na composição de partículas consistir em um núcleo e um revestimento.

5. Composição detergente particulada, de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores, **caracterizada** pelas partículas detergentes serem esferoides achatados.

6. Composição detergente particulada, de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores, **caracterizada** pelo agente de fluorescência ser substantivo em tecidos.

7. Composição detergente particulada, de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores, **caracterizada** por x ser de 1 a 2 mm, e y e z serem de 3 a 6 mm.

8. Composição detergente particulada, de acordo com qualquer uma das reivindicações anteriores, **caracterizada** pela variação em x y e z ser menor que 20%.

9. Composição detergente particulada, **caracterizada** por compreender:

(i) agente de fluorescência sulfonado;

(ii) mais de 40% em peso de surfatante de detergente;

(iii) sal inorgânico solúvel em água; e

(iv) 0,001 a 3% em peso de perfume;

em que pelo menos 70% do número total de partículas na composição detergente particulada consiste em:

(a) um núcleo que consiste em surfatante e perfume e, opcionalmente, pelo menos uma enzima, estabilizante de enzima, polímero de limpeza, polímero de liberação de limpeza, água, carboximetilcelulose, polietileno glicol, poli álcool vinílico, iminas de polietileno, iminas de polietileno etoxilado, polímeros de poliéster solúveis em água, policarboxilato, poliacrilato, copolímero de ácido maleico/acrílico e copolímero de ácido de metacrilato de laurila/acrílico, e

(b) um revestimento consistindo em sal inorgânico solúvel em água e agente de fluorescência sulfonado e, opcionalmente, pelo menos um perfume, enzima, estabilizante de enzima, água, carboximetilcelulose, polietileno glicol, poli álcool vinilíco, iminas de polietileno, iminas de polietileno etoxilado, polímeros de poliéster solúveis em água, policarboxilato, poliacrilato, copolímero de ácido maleico/acrílico e copolímero de ácido de metacrilato de laurila/acrílico;

em que o revestimento é posicionado ao redor do núcleo, e em que cada partícula possui dimensões perpendiculares x, y e z, e

em que x é de 0,2 a 2 mm, y é de 2,5 a 8 mm, e z é de 2,5 a 8 mm.