



República Federativa do Brasil
Ministério do Desenvolvimento, Indústria
e do Comércio Exterior
Instituto Nacional da Propriedade Industrial.

(21) **PI0611538-1 A2**

(22) Data de Depósito: 03/05/2006
(43) Data da Publicação: 21/09/2010
(RPI 2072)



* B R P I O 6 1 1 5 3 8 A 2 *

(51) *Int.Cl.:*
B01J 2/08
C11D 3/37
C11D 17/00

(54) Título: **EMULSÃO REDISPERSÁVEL SÓLIDA,
PROCESSO PARA PRODUZIR E SEU USO**

(30) Prioridade Unionista: 03/05/2005 DE 10 2005 020 551.8

(73) Titular(es): EVONIK DEGUSSA GMBH

(72) Inventor(es): GEORG SCHICK, HANS HENNING WENK,
KATHRIN JOHN

(74) Procurador(es): Dannemann ,Siemsen, Bigler &
Ipanema Moreira

(86) Pedido Internacional: PCT EP2006062019 de 03/05/2006

(87) Publicação Internacional: WO 2006/117385de 09/11/2006

(57) Resumo: EMULSÃO REDISPERSÁVEL SÓLIDA, PROCESSO PARA PRODUZIR E SEU USO. A presente invenção refere-se a uma emulsão redispersível sólida, a qual é compreendida de uma emulsão óleo-em-água consistindo em um componente de cuidado de lavanderia, o qual é encapsulado em um revestimento. Este revestimento é estabilizado por ions de metal polivalentes e, inicialmente, é isolúvel em água e é tornado solúvel através da adição dos ions de metal. O material de revestimento é preferivelmente um material biodegradável e, em particular, um polissacarídeo, tal como alginatos, pectinas ou carrageninas. Estas emulsões sólidas e redispersíveis são usadas, em particular, em produtos de cuidado de lavanderia.

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para "**EMULSÃO REDISPERSÁVEL SÓLIDA, PROCESSO PARA PRODUZIR E SEU USO**".

A presente invenção fornece uma emulsão redispersável sólida.

O uso de emulsões redispersáveis sólidas permite independên-
5 cia dos solventes, que envolve vantagens significantes especialmente de aspectos de tecnologia de armazenagem e transporte. Entretanto, os problemas de estabilidade que são de outro modo habituais e que são freqüentemente muito marcantes no caso de formulações líquidas também são evitados por alternativas de formulação sólida.

10 Para conversão de líquidos a uma forma de pó, a técnica anterior fornece métodos diferentes numerosos. A mais bem-conhecida é secagem por pulverização com o auxílio de materiais portadores adequados. Entretanto, adsorção em uma substância portadora sólida ou encapsulação com um material de revestimento adequado também são possíveis.

15 Tanto a secagem por pulverização quanto a adsorção são, entretanto, não adequadas para todas as soluções do problema, visto que, particularmente com emulsões, apenas um grau relativamente baixo de carga do material portador com a emulsão pode ser obtido e, além disso, a emulsão é freqüentemente instável na presença do material portador. Além disso,
20 pós de emulsão preparados por secagem por pulverização ou adsorção freqüentemente liberam um pouco do componente oleoso mesmo sob uma força moderada, como ocorre, por exemplo, no curso de processamento ou armazenagem.

Também bem-conhecidos são processos para encapsular líqui-
25 dos hidrofóbicos ou emulsões água-em-óleo. GB 911.483, por exemplo, divulga a encapsulação de emulsões de líquidos hidrofílicos em óleo por coacervação em soluções aquosas. Entretanto, tais processos não são adequados para encapsular líquidos hidrofílicos ou emulsões óleo-em-água, visto que a fase hidrofílica misturaria com a solução de encapsulação aquosa.

30 Adicionalmente conhecidos da técnica anterior são métodos de encapsulação com cujo auxílio o componente encapsulado pode ser liberado em uma maneira controlada alterando-se os meios que o circundam. Na

maioria dos casos, mudanças de temperatura ou pH influenciam o perfil de liberação do componente encapsulado. O pedido de patente internacional WO 03/091379 A1 divulga uma composição que consiste em nanopartículas hidrofóbicas que são encapsuladas em uma matriz sensível à umidade. Estas nanopartículas podem, por exemplo, compreender um amaciante de tecido que é liberado da matriz externa em contato com água. Entretanto, este processo é inadequado para emulsões óleo-em-água de um líquido hidrofóbico, visto que a matriz solúvel em água é incompatível com a fase aquosa de tais emulsões.

10 O pedido US US 2004/0029760 A1, que foi publicado na data de prioridade deste pedido, descreve um auxiliar de lavanderia na forma de uma composição que permite liberação lenta e controlada dos ingredientes, por exemplo fragrâncias. Para este propósito, o componente ativo é adsorvido em um material de suporte poroso que é subsequenteiramente revestido com o material de encapsulação.

15 Este método também é inadequado para encapsular emulsões óleo-em-água, visto que elas não são adsorvidas por materiais porosos sem coalescência, e um material de encapsulação solúvel em água conforme é necessário para a liberação no líquido de lavagem também é inadequado para a encapsulação de sistemas com base em água.

20 Composições com liberação controlada, que consistem em nanopartículas do componente ativo que são uma a uma incluídas em uma microcápsula sensível ao sal ou pH, são descritas pelo pedido de patente US 2003/0195133 A1. Similar aos processos já descritos, este método também é exclusivamente adequado para a encapsulação de substâncias imiscíveis em água hidrofóbicas mas não de uma emulsão aquosa.

25 Até agora, nenhum sistema adequado é conhecido da técnica anterior com o qual uma emulsão óleo-em-água de um líquido hidrofóbico, do qual um exemplo é amaciantes de tecido, pode ser convertido a uma forma sólida tal que, por um lado, partículas mecanicamente estáveis podem ser obtidas, mas, por outro lado, a dissolução com restauração completa da emulsão procede sob condições controladas. Um tal sistema seria particu-

30

larmente vantajoso para composições de cuidado de lavanderia, que usualmente consistem em substâncias insolúveis em água e que, por esta razão, freqüentemente têm que ser usadas até agora na forma de emulsões líquidas. Exemplos proeminentes destas são emulsões de amaciante de tecido, que até agora são obteníveis exclusivamente em forma líquida. Uma desvantagem crítica no caso dos amaciantes de tecido líquidos é considerada ser que grandes proporções de componentes inativos tais como água, álcoois, auxiliares de dispersão ou estabilizadores têm que ser adicionados a estas formas de dosagem. Um fator adicional é que a manejo dos amaciantes de tecido líquidos desvia-se significativamente de pó de lavagem clássico, que torna a dosagem e manejo especialmente desfavoráveis.

A aplicação simples dos processos conhecidos da técnica anterior para a conversão de líquidos à forma de pó é muito difícil no caso de auxiliares de lavagem e especialmente amaciantes de tecido, visto que o material de revestimento, por um lado, tem que ser solúvel em um sistema aquoso, como constituído tipicamente por líquidos de lavagem, assim de modo a garantir que os conteúdos da forma de pó sólida sejam verdadeiramente liberados na quantidade desejada no ciclo de lavagem. Por outro lado o material de revestimento, entretanto, não deve dissolver na fase aquosa contínua da emulsão óleo-em-água a ser encapsulada.

As deficiências conhecidas da técnica anterior forneceram o objetivo da presente invenção, aquele de fornecer uma emulsão redispersável sólida consistindo em um componente de emulsão óleo-em-água com o qual torna-se possível fornecer composições de cuidado de lavanderia e tipicamente amaciantes de tecido em uma forma de administração que por um lado dispensa com componentes inativos supérfluos, tais como água, auxiliares de dispersão e estabilizadores, mas por outro lado facilita a manejo de tais emulsões, visto que elas, por exemplo, também podem ser dosadas como um pó, similares a outros aditivos de lavagem, e, ao mesmo tempo, contém uma proporção máxima da substância ativa.

Este objetivo foi obtido com uma emulsão redispersável, sólida consistindo em um componente de emulsão óleo-em-água que é encapsula-

do em um revestimento estabilizado por íons de metal polivalentes, que é insolúvel em água e que torna-se solúvel em água através da liberação dos íons de metal.

Foi descoberto que, surpreendentemente, não apenas o objetivo
5 foi obtido fornecendo-se partículas mecanicamente estáveis que são insolúveis em água, mas uma forma de administração também foi obtida cujo revestimento, especialmente nos meios de lavagem habituais, dissolve sob tais condições que a emulsão do componente oleoso, apesar do teor de água extremamente baixo das partículas sólidas, é completamente restaurada. Além disso, foi descoberto que uma carga muito alta do produto (até bem
10 acima de 75 %) com as substâncias ativas particulares pode ser obtida, que não é apenas ecológica mas também econômica e extremamente vantajosa. Do mesmo modo foi descoberto ser ecologicamente positivo que materiais de revestimento com base em substâncias biodegradáveis de origem natural
15 podem ser usados, que ainda podem reduzir a poluição ambiental, por exemplo por líquidos de lavagem residuais.

O procedimento da técnica anterior conhecido até agora, que teve grandes desvantagens especialmente para as composições de cuidado de lavanderia, a soma das vantagens encontradas não devia ser esperada
20 deste modo.

Uma emulsão sólida especialmente vantajosa de acordo com a presente invenção foi descoberta ser uma em que o componente de emulsão é um componente de cuidado de lavanderia e preferivelmente um amaciante de tecido. Entretanto, um aditivo de proteção de fibra, uma fragrância,
25 um colorante de cabelo, um condicionador de cabelo ou uma composição para descoloração do cabelo ou penteado também é possível.

Com referência ao material de revestimento, polissacarídeos foram descobertos ser muito vantajosos, em particular aqueles que têm grupos ácidos na forma livre ou de sal. A preferência é dada aqui especialmente
30 aos alginatos ou pectinas e mais preferivelmente ácido algínico, alginato de sódio, alginato de potássio ou alginato de amônio, uma pectina de esterificação ou amidação baixa, carrageninas ou misturas destes. Entretanto, todos

os polímeros solúveis em água que reagem reversivelmente com íons de metal polivalentes com formação de gel são adequados em princípio.

5 Como já indicado, a emulsão redispersável sólida inventiva desenvolve suas vantagens especialmente quando o material de revestimento compreende polissacarídeos biodegradáveis, que é do mesmo modo tomando em consideração pela presente invenção.

10 Uma característica essencial para a presente invenção é que o revestimento do componente de emulsão é estabilizado por íons de metal polivalentes, como um resultado do que não apenas o revestimento mas também a emulsão inteira é insolúvel em água. Íons de metal polivalentes adequados considerados pela presente invenção são pelo menos um íon de metal do grupo de Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} , Al^{3+} , Cu^{2+} e Zn^{2+} . Estes íons de metal estão presentes inicialmente na forma estável no revestimento e não são removidos do revestimento até no meio aquoso e na presença de compostos adequados capazes de ligar íons de metal polivalentes. No caso de líquidos de lavagem, isto pode ser feito por componentes que estão presentes na composição de lavagem. Tipicamente, os componentes podem ser amaciantes de água tais como zeólitos, EDTA e sais dos mesmos, polifosfatos, pirofosfatos, carboximetilóxi-succinatos, poliacrilatos, citratos ou nitrilo-triacetatos.

20 A presente invenção também considera que a proporção do componente oleoso na emulsão redispersável sólida é pelo menos de 30 % em peso, a preferência sendo dada à proporções de > 50 % em peso e especialmente > 75 % em peso, com base na emulsão global.

25 Além da emulsão redispersável sólida por si só, a presente invenção também abrange um processo para produzi-la. Neste processo, na etapa a) do processo, o componente oleoso é primeiro emulsificado em água, que opcionalmente pode ser feito na presença de um emulsificador adequado. Subseqüentemente, na etapa b) do processo, a emulsão da etapa a) do processo é misturada com uma solução do material de revestimento em água. Depois, na etapa c) do processo, a mistura obtida da etapa b) do processo é introduzida em uma solução que compreende os íons de metal polivalentes.

30

Alternativamente, também é possível na etapa a) do processo preparar uma solução do material de revestimento em água, depois, na etapa b) do processo, emulsificar o componente oleoso na solução da etapa a) do processo, opcionalmente com adição de um emulsificador adequado, e finalmente, na etapa c) do processo, introduzir a emulsão da etapa b) do processo em uma solução de precipitação compreendendo íons de metal polivalentes.

Do mesmo modo possível é um processo em que, na etapa a) do processo, uma emulsão do componente oleoso em água é preparada, opcionalmente com adição de um emulsificador, na etapa b) do processo, o material de revestimento é dissolvido na emulsão da etapa a) do processo, e, novamente, na etapa c) do processo, a solução obtida na etapa b) do processo é introduzida na solução de precipitação que compreende íons de metal polivalentes.

Deste modo, a emulsão é encapsulada em um material de revestimento que foi estabilizado por incorporação de íons de metal polivalentes e é insolúvel em água.

Na etapa c) do processo, as soluções de precipitação usadas são soluções de sais de metal di- ou trivalentes em água ou misturas de álcool/água. Soluções particularmente adequadas são aquelas de sais de metal alcalino terroso em misturas de água/isopropanol.

Se a etapa a) do processo deve ser realizada na presença de um emulsificador, é possível de acordo com a invenção utilizar polissacarídeos que opcionalmente podem ser quimicamente modificados. Particularmente adequados neste caso são hidrocolóides.

Uma outra vantagem do processo de acordo com a invenção é que descobriu-se que o tamanho das partículas pode ser variado em uma faixa relativamente ampla através da seleção adequada do processo usado para adição a gotas à solução de precipitação. A taxa de dissolução adicionalmente também pode ser controlada por intermédio do tamanho de partícula. A geração das gotículas não é limitada a um processo particular, porque métodos adequados da técnica anterior, que incluem atomização por

uma corrente de ar, decomposição a jato excitada por excitação vibracional ou assim chamados cortadores a jato, podem ser utilizados conforme adequado.

5 As partículas assim obtidas da etapa c) do processo podem ser removidas da solução de precipitação pelos processos conhecidos para se-
paração sólido/líquido. Exemplos representativos aqui incluem filtração, que
10 opcionalmente pode ser realizada com o auxílio de pressão elevada ou re-
duzida, mas também sedimentação ou centrifugação. Opcionalmente, o sólido
removido pode ser lavado antes da secagem, para a qual é de costume
15 usar água, álcoois ou misturas adequadas destes. Entretanto, também é
possível adicionar substâncias que impedem a conglutinação das partículas
para a solução de lavagem. Exemplos de substâncias úteis para este propó-
sito são substâncias ativas de superfície tais como fosfolipídeos, tensoativos,
polissorbatos ou similares, mas também agentes de separação insolúveis,
20 por exemplo sílicas. Para a secagem do produto, é possível utilizar os pro-
cessos e aparelhos habituais, os aparelhos preferidos sendo secadores de
contato ou secadores de leito fluidizado, visto que a baixa estabilidade me-
cânica das partículas resultantes no estado mais úmido deve ser considera-
da em qualquer caso.

25 Finalmente, a presente invenção também abrange o uso da e-
mulsão redispersável sólida em composições de cuidado de lavanderia. Em
relação a isto, pode ser vantajoso quando estas composições de cuidado
são combinadas com componentes que são capazes de ligar íons de metal
em um ambiente líquido. Menção deve ser feita aqui especialmente de agen-
tes complexantes tais como polifosfatos, zeólitos e outros amaciantes de
30 água, que são constituintes habituais de pós de lavagem de qualquer manei-
ra na maioria dos casos como assim chamados "construtores". Deste modo,
a liberação dos íons de metal polivalentes estabilizados no material de re-
vestimento em um ambiente aquoso pode ser promovida. Para líquidos de
lavagem, isto significa que os componentes de um detergente em pó comer-
cial que foi misturado, por exemplo, com a emulsão redispersável sólida in-
ventiva contribuem para a liberação dos íons de metal polivalentes fixados

no revestimento da emulsão sólida, como um resultado do que o revestimento por si só torna-se solúvel em água e o componente de emulsão inicialmente encapsulado é assim liberado no meio aquoso em uma maneira dependente do tempo e meio. Quando o componente de emulsão é um amaciante de tecido, ele pode exibir sua ação desejada na fibra têxtil.

Em resumo, pode ser estabelecido que torna-se possível com a presente invenção fornecer especialmente emulsões de amaciante de tecido, que até agora estavam disponíveis apenas como formulações líquidas, agora em forma de pó sólida. Deste modo, os amaciantes de tecido por si só podem ser armazenados, dosados e opcionalmente formulados com detergentes em pó em uma maneira melhorada. Além disso, a ausência dos componentes inativos de outro modo tipicamente necessários permite que o equilíbrio ecológico seja significativamente melhorado.

Os exemplos que seguem ilustram as vantagens da presente invenção.

Exemplos

Exemplo 1

10 g de um polidimetilsiloxano amino-funcional foram emulsificados em 90 ml de uma solução guar a 2 %. A emulsão foi misturada com o mesmo volume de uma solução a 1 % de alginato de sódio em água. A mistura foi subsequentemente adicionada a gotas a uma solução 0,1 M de CaCl_2 em 50 % de isopropanol, e as esferas de gel solidificadas foram removidas por filtração e depois secas em um secador de leito fluidizado a 100°C abaixo de um teor de umidade residual de 2 % em peso. O pó grosso obtido não exibiu mudança em água destilada durante um período de várias horas, mas dissolvido rapidamente em solução de EDTA 0,1 M com reformação completa da emulsão.

Exemplo 2

10 g de um óleo laranja foram emulsificados em 90 ml de uma solução de goma arábica a 2 %. A emulsão foi misturada com o mesmo volume de uma solução a 1 % de alginato de sódio em água. Subsequentemente, a mistura foi adicionada a gotas a uma solução de CaCl_2 0,1 M, e as

esferas de gel solidificadas foram removidas por filtração e secas em um secador de leito fluidizado a 60°C abaixo de um teor de água de 2 % em peso. O pó grosso resultante é insolúvel em água, mas dissolve rapidamente em solução de EDTA 0,1 M, que forma uma emulsão turva.

REIVINDICAÇÕES

1. Emulsão redispersável sólida, caracterizada pelo fato de que consiste em uma emulsão óleo-em-água de um componente de cuidado de lavanderia que é encapsulado em um revestimento de um material de revestimento estabilizado por íons de metal polivalentes, que é insolúvel em água e que torna-se solúvel em água através da liberação dos íons de metal.
2. Emulsão redispersável sólida de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que o componente de cuidado de lavanderia é um amaciante de tecido.
3. Emulsão redispersável sólida de acordo com a reivindicação 1 ou 2, caracterizada pelo fato de que o material de revestimento é pelo menos um polissacarídeo, especialmente um polissacarídeo contendo grupos ácidos na forma livre ou de sal.
4. Emulsão redispersável sólida de acordo com a reivindicação 3, caracterizada pelo fato de que o polissacarídeo é selecionado do grupo de alginatos, pectinas e carrageninas, preferivelmente do ácido algínico, alginato de sódio, alginato de potássio ou alginato de amônio, pectina de esterificação ou amidação baixa, κ -carragenina ou misturas destes.
5. Emulsão redispersável sólida de acordo com a reivindicação 3 ou 4, caracterizada pelo fato de que o polissacarídeo é biodegradável.
6. Emulsão redispersável sólida de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 5, caracterizada pelo fato de que o revestimento compreende, como um íon de metal polivalente, pelo menos um do grupo de Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} , Al^{3+} , Cu^{2+} , Zn^{2+} .
7. Emulsão redispersável sólida de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 6, caracterizada pelo fato de que a proporção do componente de cuidado de lavanderia é pelo menos 30 % em peso, preferivelmente mais do que 50 % em peso e especialmente mais do que 75 % em peso, com base na emulsão global.
8. Processo para produzir uma emulsão redispersável sólida como definida em qualquer uma das reivindicações 1 a 7, caracterizado pelo fato de que:

a) o componente de cuidado de lavanderia é primeiro emulsificado em água, opcionalmente na presença de um emulsificador, depois;

b) a emulsão da etapa a) do processo é misturada com uma solução do material de revestimento em água ou o material de revestimento é dissolvido na emulsão da etapa a) do processo, e depois;

c) a mistura da etapa b) do processo é introduzida em uma solução compreendendo os íons de metal polivalentes.

9. Processo para produzir uma emulsão redispersável sólida como definida em qualquer uma das reivindicações 1 a 7, caracterizado pelo fato de que:

a) o material de revestimento é dissolvido em água, depois;

b) o componente de cuidado de lavanderia é emulsificado na solução da etapa a) do processo, opcionalmente na presença de um emulsificador, e depois;

c) a emulsão obtida da etapa b) do processo é introduzida em uma solução de precipitação que compreende íons de metal polivalentes.

10. Processo de acordo com a reivindicação 8 ou 9, caracterizado pelo fato de que as soluções de precipitação usadas na etapa c) do processo são soluções de sais de metal di- ou trivalentes em água ou misturas de álcool/água, preferivelmente soluções de sais de metal alcalino-terroso e mais preferivelmente cloreto de cálcio em misturas de água/isopropanol.

11. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 8 a 10, caracterizado pelo fato de que o emulsificador usado é um polissacarídeo que opcionalmente pode ser quimicamente modificado, e preferivelmente um hidrocolóide.

12. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 8 a 11, caracterizado pelo fato de que as partículas obtidas da etapa c) do processo são separadas, opcionalmente lavadas e secas, especialmente em um secador de contato ou secador de leito fluidizado.

13. Processo de acordo com a reivindicação 12, caracterizado pelo fato de que a secagem é efetuada em um secador de contato ou secador de leito fluidizado.

14. Uso da emulsão redispersável sólida como definida em qualquer uma das reivindicações 1 a 7, caracterizado pelo fato de ser em composições de cuidado de lavanderia.

5 15. Uso de acordo com a reivindicação 14, caracterizado pelo fato de que a composição de cuidado de lavanderia compreende um componente que liga os íons de metal.

10 16. Uso de acordo com a reivindicação 15, caracterizado pelo fato de que o componente que liga íons de metal é selecionado de zeólitos, EDTA e sais dos mesmos, polifosfatos, pirofosfatos, carboximetilóxi-succinatos, poliacrilatos, citratos e nitrilo-triacetatos.

17. Uso de acordo com a reivindicação 14 ou 15, caracterizado pelo fato de que a composição de cuidado de lavanderia é um detergente em pó.

RESUMO

Patente de Invenção: **"EMULSÃO REDISPERSÁVEL SÓLIDA, PROCESSO PARA PRODUZIR E SEU USO"**.

5 A presente invenção refere-se a uma emulsão redispersível sólida, a qual é compreendida de uma emulsão óleo-em-água consistindo em um componente de cuidado de lavanderia, o qual é encapsulado em um revestimento. Este revestimento é estabilizado por íons de metal polivalentes e, inicialmente, é insolúvel em água e é tornado solúvel através da adição dos íons de metal. O material de revestimento é preferivelmente um material bio-
10 degradável e, em particular, um polissacarídeo, tal como alginatos, pectinas ou carrageninas. Estas emulsões sólidas e redispersíveis são usadas, em particular, em produtos de cuidado de lavanderia.