



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

(21) **PI0708269-0 A2**



(22) Data de Depósito: 02/02/2007
(43) Data da Publicação: 07/06/2011
(RPI 2109)

(51) Int.Cl.:
C11D 3/40 2006.01
C11D 17/00 2006.01
C11D 7/10 2006.01
C11D 7/12 2006.01
C11D 3/02 2006.01
C11D 3/10 2006.01

(54) Título: **GRÂNULOS DE CORANTE TONALIZANTE, SUA UTILIZAÇÃO NA FORMULAÇÃO DE DETERGENTES E PROCESSO PARA SUA FABRICAÇÃO**

(57) Resumo: Grânulos de Corante Tonalizante, sua Utilização na Formulação de Detergentes e Processo para sua Fabricação. Um grânulo para utilização como aditivo em uma composição em pó para lavar roupas, com o grânulo tendo distribuição da dimensão da partícula de modo que 90 % p/p sejam menores de 300 micrometros, de preferência 250 micrometros em diâmetro, com o grânulo compreendendo: 0,05 a 0,5 % p/p de corante tonalizante substantivo de tecidos (sólido) absorvido em pelo menos 80 % p/p de sal hidratavel.

(30) Prioridade Unionista: 25/02/2006 EP EP06251020

(73) Titular(es): Unilever N.V

(72) Inventor(es): Janette Cutrona

(74) Procurador(es): ATEM & REMER ASSES.
CONSUL. PROP. INT. LTDA

(86) Pedido Internacional: PCT EP2007000989 de 02/02/2007

(87) Publicação Internacional: WO WO2007096052de
30/08/2007



Relatório Descritivo de Patente de Invenção

Grânulos de Corante Tonalizante, sua Utilização na Formulação de Detergentes e Processo para sua Fabricação

5 Campo da Invenção

Esta invenção diz respeito a uma composição de detergente em pó para lavar roupas que inclui um corante tonalizante ou corante substantivo de tecidos, esta invenção relaciona-se particularmente a inclusão de um grânulo de corante tonalizante em uma composição detergente essencialmente incolor.

10

Antecedentes da Invenção

Tecidos brancos podem ser tratados com corante a fim de reforçar sua brancura. O corante tipicamente utilizado é o azul ou violeta. Quando estes tecidos tratados são lavados repetidas vezes com uma composição detergente, o corante pode ser removido do tecido, o que leva ao amarelamento do tecido.

15

A arte anterior sugere uma correção para esse efeito através da aplicação de corantes tonalizantes no tecido durante o processo de lavagem. Por exemplo, o documento WO 2005/003274 descreve uma composição de tratamento na lavagem de roupas que inclui um surfactante e de 0,0001 a 0,1 % p/p de uma combinação de corantes que em conjunto possuem um efeito visual sobre o olho humano como um único corante, tendo comprimento de onda com pico de absorbância para o algodão de 540 nm a 650 nm, de preferência entre 570 nm e 630 nm, com a combinação compreendendo um corante fotoestável que é substantivo para o algodão. Este corante ou esta combinação de corantes podem ser referidas como um corante tonalizante.

20

25

O documento WO 2005/003275 relata que cada corante tonalizante pode ser incorporado a uma composição de tratamento por uma variedade de maneiras. Por exemplo, corantes que não são sensíveis ao calor podem ser incorporados em uma lama e secos por atomização. Alternativamente, o corante pode ser incorporado em grânulos que são adicionados posteriormente a um detergente em pó. No entanto, verificou-se que grandes concentrações

30

de corantes tonalizantes em grânulos deste tipo podem levar ao risco de manchas e danos na tintura das roupas. O documento WO 2005/003275 sugere que estes problemas podem ser evitados se a concentração do corante nos grânulos for menor que 0,1 % p/p.

5 Os grânulos podem ser formados pela mistura de um sal inorgânico com uma solução de corante solúvel. Um problema com isto, é que a solução pode escapar dos grânulos quando misturada com o restante da composição do detergente para roupas. Isso é mais provável quando a composição está úmida e/ou quente: por exemplo, durante o armazenamento. O fenômeno de escape do corante na composição em que está inserido é denominado, 10 escorrimento. Este é, particularmente, um problema significativo para composições de detergente em pó com cor pálida ou incolor.

Grânulos coloridos contendo corante também foram utilizados em formulações de detergente em pó como pontos coloridos para fornecer 15 indicações visuais. Estes grânulos ou partículas são grandes e possuem tão pouco corante quanto possível em virtude de sua natureza não-funcional. O corante não é substancial para tecidos e um corante tonalizante é, portanto, inadequado para esse fim. O documento EP 0336 635 descreve um processo para a preparação de um silicato de metal alcalino colorido e granular. Este é 20 um tipo de pontos indicador visual e um corante não-substancial. Corantes não-substanciais podem ser incorporados em grandes quantidades sem problemas de causar manchas se o grânulo corante entrar em contato direto com o tecido. Afirma-se neste documento que a quantidade de corante no grânulo deve ser reduzida, para não interferir no processo de lavagem. O processo envolve a 25 atomização do material inorgânico com o corante ou pigmento e um solvente. É descrito que o silicato pode ser misturado com outros materiais inorgânicos como zeólita, sulfato de sódio ou fosfato de sódio. A dimensão preferida das partículas dos grânulos coloridos é de 0,8 a 1,6 mm. Sugere-se que o corante seja incorporado em pequena quantidade: 0,1 a 2 % p/p dos grânulos e é 30 citado por sua presença como um revestimento no silicato.

O documento WO 2000/27980 também diz respeito a pontos visíveis.

Sendo a dimensão preferida das partículas de 500 a 1440 µm. O ponto compreende um corante em um material cristalino que pode ser um sal hidratado, tais como silicatos cristalinos. O nível preferido de corante pode ser inferior a 0,1 % p/p do grânulo.

5 A patente norte-americana US 5073295 refere-se a grânulos revestidos contendo, por exemplo, corante solúvel. Os revestimentos proporcionam excelente proteção contra a decomposição e de separação de outros componentes, por exemplo, nas composições detergentes. O tamanho preferido da partícula dos grânulos corantes é de 200 a 700 micrometros.

10

Sumário da Invenção

De acordo com a presente invenção é fornecido um grânulo para uso como um aditivo em composições em pó para lavagem de roupas, o grânulo possuindo uma distribuição de tamanho de partícula onde 90% das partículas possuem diâmetro inferior a 250 micrometros, o grânulo compreendendo de 15 0,05 a 0,5 % p/p de corante tonalizante absorvido em pelo menos 80% de um sal hidratável compreendendo carbonato de sódio (soda) leve (light soda ash). O sal pode ser utilizado na mistura com zeólito em uma quantidade de 0 a 20 % p/p.

20 Neste pedido de patente, "corante tonalizante" significa uma ou a combinação de, corantes fotoestáveis, solúveis em água, substanciais para o algodão, onde, o comprimento de onda com pico de absorbância para o algodão vai, de preferência, de 570 nm a 630 nm. Esses corantes tonalizantes são sólidos em temperatura ambiente e são normalmente usados como 25 líquidos processados a partir da dissolução ou dispersão em meio aquoso. Na presente invenção, exceto nos exemplos, referências a quantidade de corantes tonalizantes significa a quantidade de corantes tonalizantes sólidos e não a quantidade de solução ou dispersão de corante tonalizante.

Ainda de acordo com um segundo aspecto da presente invenção, é 30 fornecido um método de produção de tais grânulos de corantes tonalizantes compreendendo as etapas de realizar uma mistura seca dos materiais

carreadores inorgânicos compreendendo carbonato de sódio leve e, em seguida, atomizar na mistura um líquido compreendendo corante tonalizante e água. O corante tonalizante pode ser fornecido como solução ou uma dispersão em água. Ela pode ser usada como fornecida ou ainda mais diluída por adição de água. Se for utilizada não diluída, é preciso ter cuidado com a taxa de adição do corante no material inorgânico. Se for usada mais diluída, então a relação de água adicionada à solução de corante tonalizante deve ser, de preferência, de pelo menos 2:1. A diluição do corante tonalizante com água permite um melhor controle da quantidade a ser acrescentada e ajuda a dispersão do corante nos sólidos inorgânicos. A mistura e atomização, de preferência, ocorrem em um tambor misturador. A quantidade de líquido atomizado deve ser inferior a aquela que levaria a aglomeração dos materiais carreadores inorgânicos. Isso permite a retenção da capacidade de carrear líquidos sobressalentes no material inorgânico. Verificou-se que ao reter pelo menos 10% da capacidade de carrear líquidos sobressalentes no material inorgânico o desempenho de escoamento dos grânulos pode ser significativamente melhorado.

Descrição Detalhada da Invenção

De forma preferencial o zeólito é adicionado após a mistura inicial da solução aquosa de corante com o material carreador inorgânico compreendendo carbonato de sódio leve. Também é possível atomizar o corante no zeólito e, em seguida, diluir esta mistura com sal inorgânico.

Um segundo problema decorrente da utilização de uma alta concentração de grânulos de corante tonalizante (ou adjuvante) é que se tornam visíveis em detergente em pó incolor, devido à sua cor contrastante. Nesta invenção, isto é atenuado, impedindo a aglomeração das partículas contendo corante tonalizante durante o processo de fabricação. Isto é feito através da limitação da quantidade total de água e da solução de corante tonalizante para 15 % p/p, preferencialmente 10 % p/p do montante de material carreador inorgânico compreendendo carbonato de sódio leve. Como

mencionado acima, essa limitação também tem a vantagem de que o sal não fica totalmente saturado com corante tonalizante diluído. Isto significa que o problema de escorrimento será reduzido. Acredita-se que isso ocorra devido à capacidade da solução de corante tonalizante se expandir sobre aquecimento sem ser forçada a desprender-se dos grânulos de corante tonalizante. O uso destes níveis de líquido dissolvido também evita problemas de aglomeração.

A concentração do corante tonalizante (com base em sólidos) no líquido atomizado não deverá ser superior a 25%, de preferência não superior a 10%, mais preferencialmente não superior a 2,5%. Assim, uma variação típica da concentração de corante tonalizante (com base em sólidos), nos grânulos de corante tonalizante será de 0,05 a 0,4% p/p do grânulo de corante tonalizante, de preferência de 0,07 a 0,27% p/p. Verificou-se que níveis elevados de corante tonalizante causam manchas no tecido se o mesmo for deixado em contato com o pó. Por outro lado, baixas concentrações de corante tonalizante implica no fato de que uma proporção muito elevada de grânulos de corante tonalizante precisarão ser adicionados a uma formulação em pó para a obtenção do nível exigido de corante tonalizante a ser incluso na formulação total. Este, por sua vez, conduz ao escorrimento do corante tonalizante na formulação ao longo do tempo.

Níveis típicos dos grânulos de corante tonalizante na formulação em pó estão no intervalo de 0,1 a 2,0% p/p. Os grânulos podem ser usados em conjunto com qualquer formulação de detergente em pó para roupas. Isto é útil para uso com formulações que são brancas, ou levemente coloridas, como se estas tivessem sofrido algum escorrimento que ocorreu ao longo do tempo.

Também foi verificado que a seleção do sal inorgânico tem efeito sobre o desempenho de causar manchas e de escorrimento dos grânulos de corante tonalizante. Foi constatado que a soda permite os melhores resultados e tem o tamanho de partícula pequeno exigido - menos de 10% acima de 250 micrometros. No entanto, também seria possível usar o sulfato de magnésio, tripolifosfato de sódio e zeólita em combinação com carbonato de sódio.

A invenção será agora melhor descrita com referência aos seguintes

exemplos não-limitantes. Dois testes padrões são realizados nos exemplos, são o teste de manchas e o teste de escorrimento.

Teste de manchas

5 Este teste é concebido para verificar se o pó que contém os grânulos de corante tonalizante ocasiona coloração e/ou manchas nos tecidos testados.

10 Uma carga de camisa 100% algodão (= 73 g) é colocado em um balde de três litros contendo um litro de água. Três réplicas deste monitor (15 x 15 cm) são colocadas no balde e 10 g do pó a ser avaliado é espalhado sobre elas. Após 2 horas os monitores são removidos e avaliados visualmente para detectar a avaria por manchas. Os danos são classificados de acordo com a seguinte escala:

(1) - Dano muito baixo

(2) - Dano baixo

(3) - Dano médio

15 (4) - Dano elevado

(5) - Dano muito elevado

Teste de escorrimento

20 Este teste verifica mudança na tonalidade de cor do pó final contendo os grânulos de corante tonalizante.

Uma quantidade de grânulos de corante tonalizante é adicionada em um detergente em pó padrão pela mistura numa bolsa plástica. Trinta gramas deste produto e de pó de referência sem grânulos de corante tonalizante são armazenadas em placas de Petri abertas a 37 °C / 70% u.r. por 4 semanas.

25 Uma comparação visual contra a referência é feita semanalmente para verificar se alguma mudança de tom na cor é observada. A avaliação é realizada através de uma cabine de visualização à luz do dia. A classificação é a seguinte:

(Boa): Nenhum, ou quase nenhum escorrimento é observado.

(Aceitável): Escorrimento leve é observado, mas a mudança no tom de cor permanece boa.

(Rejeitada): Escorrimento severo com clara mudança de tonalidades

da cor.

Exemplos

Exemplo 1

5 O grânulo de corante tonalizante foi fabricado com os ingredientes
mostrado a seguir:

Soda = 89,0

Zeólito 4A = 2,1

Água = 8,15

Corante tonalizante 0,75 (0,075 de corante tonalizante sólido + água +
= estabilizadores)

10 O corante tonalizante utilizado foi uma dispersão aquosa do sal tris-
etoxi tripropanolamina do violeta direto 9. O sal estava presente em uma
concentração de cerca de 10 % p/p e foi estabilizado a este nível numa
dispersão / solução aquosa por surfactante e outros ingredientes secundários.
A água e o corante foram misturados e atomizados na soda dentro de um
misturador de composição de baixa / média rotação, com adição posterior de
zeólita para o ciclo final da composição. Exceto se especificado de outro modo,
15 a soda utilizada pode ter 100% de suas partículas menores que 250
micrometros.

Exemplo 2

O grânulo de corante tonalizante foi fabricado usando um processo
semelhante ao utilizado para o exemplo 1 com os ingredientes mostrados a
seguir:

Soda = 53,1

Sulfato de sódio = 38,6

Zeólito 4A = 1,2

Água = 7,1

Corante tonalizante 0,75 (0,075 de corante tonalizante sólido + água +
= estabilizadores)

O corante tonalizante foi o mesmo usado no exemplo 1. A água e o corante foram misturados e atomizados na soda dentro de um misturador de composição de baixa / média rotação, com adição posterior de zeólito seguida de diluição com sulfato de sódio para o ciclo final da composição.

Exemplo 3 - Comparativo

O grânulo de corante tonalizante foi fabricado em um misturador de composição de alta rotação, usando um processo semelhante ao utilizado pelo exemplo 1, com os ingredientes mostrado a seguir:

STPP anidro = 50,0

Sulfato de sódio = 47,0

Água = 1,5

Corante tonalizante 1,5 (0,15 de corante tonalizante sólido + água + estabilizadores)

O corante tonalizante foi o mesmo usado no exemplo 1. A água e o corante foram misturados e atomizados na STPP dentro de um misturador de composição de alta rotação, com adição posterior de sulfato de sódio para o ciclo final da composição.

Exemplo 4 - Comparativo

O grânulo de corante tonalizante foi fabricado em um misturador de composição de alta rotação, usando um processo semelhante ao utilizado pelo exemplo 3, com os ingredientes mostrado a seguir:

Sulfato de Magnésio 85,0

=

Água = 14,0

Corante tonalizante = 1,0 (0,1 de corante tonalizante sólido + água + estabilizadores)

Exemplo 5

O grânulo de corante tonalizante foi fabricado em um misturador de

composição de alta rotação, usando um processo semelhante ao utilizado pelo exemplo 1, com os ingredientes mostrados a seguir:

Soda = 76,0

Zeólito 4A = 20,0

Água = 3,0

Corante tonalizante 1,0 (0,1 de corante tonalizante sólido + água +
= estabilizadores)

5 O corante tonalizante foi o mesmo usado no exemplo 1. A água e o corante foram misturados e atomizados no zeólito dentro de um misturador de composição de alta rotação, com adição posterior de soda para o ciclo final da composição.

Exemplo 6

10 O grânulo de corante tonalizante do exemplo 1 foi adicionado a um detergente em pó feito com fosfato em uma concentração de 0,15 % p/p. A aparência do pó não foi afetada negativamente pela incorporação do grânulo de corante tonalizante.

Exemplo 7

15 O grânulo de corante tonalizante do exemplo 2 foi adicionado a uma formulação de detergente em pó feita com zeólito em uma concentração de 0,5 % p/p. A aparência do pó não foi afetada negativamente pela incorporação do grânulo de corante tonalizante.

Exemplo 8

20 O grânulo de corante tonalizante foi produzido como no exemplo 1, exceto que a dimensão da partícula de soda utilizada foi:

90 % p/p inferior a 250 micrometros;

10 % p/p entre 250-500 micrometros.

Exemplo 9 - Comparativo

25 O grânulo de corante tonalizante foi produzido como no exemplo 1, exceto que a dimensão da partícula de soda utilizada foi:

75 % p/p inferior a 250 micrometros;

25 % p/p entre 250-500 micrometros.

Exemplo 10 - Comparativo

O grânulo de corante tonalizante foi produzido como no exemplo 1, exceto que a dimensão da partícula de soda utilizada foi:

- 5
- 40 % p/p inferior a 250 micrometros;
 - 40 % p/p entre 250-500 micrometros;
 - 20 % p/p acima de 500 micrometros.

Os grânulos dos exemplos 1, 2, 3, 4, 5, 8, 9 e 10 foram avaliados para o escorrimento e manchas. Os resultados são apresentados na tabela 1.

10

Tabela 1

Tipo de corante tonalizante	Escorrimento	Escala para manchas (1 a 5)
Exemplo 1	Boa	1
Exemplo 2	Boa	1
Exemplo 3	Boa	4
Exemplo 4	Boa	3
Exemplo 5	Aceitável	1
Exemplo 8	Boa	2
Exemplo 9	Boa	3
Exemplo 10	Boa	5

Como se pode ver na tabela 1 a utilização de soda mais grossa nos exemplos comparativos 9 e 10 levam a uma escala para manchas pior.

Reivindicações

Grânulos de Corante Tonalizante, sua Utilização na Formulação de Detergentes e Processo para sua Fabricação

5 1. Granulo de corante tonalizante para utilização como aditivo em uma composição em pó para lavar roupas, onde o grânulo possui distribuição da dimensão da partícula de modo que 90 % p/p sejam menores que 250 micrometros, em diâmetro, com o grânulo compreendendo de 0,05 a 0,5 % p/p de corante tonalizante sólido absorvido em pelo menos 80 % p/p de sal hidratavel caracterizado pelo sal hidratável compreender soda leve e pelo
10 hidratavel caracterizado pelo sal hidratável compreender soda leve e pelo corante tonalizante ser um ou mais corantes fotoestáveis, solúveis em água, substanciais para o algodão, onde, o comprimento de onda com pico de absorbância para o algodão vai de 540nm a 650nm, de preferência, de 570 nm a 630 nm.

15 2. Um grânulo de corante tonalizante de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo grânulo compreender adicionalmente sulfato de sódio como sal hidratavel.

20 3. Uma composição de detergente em pó caracterizada por compreender de 0,1 a 2,5% p/p de um grânulo de corante tonalizante de acordo com uma das reivindicações de 1 a 2.

 4. Um processo para fabricar um grânulo de corante tonalizante de acordo com uma das reivindicações de 1 a 2, caracterizado por compreender as etapas de:

25 - adicionar soda leve em um misturador de composição de baixa / média rotação;

 - misturar opcionalmente uma solução aquosa de corante tonalizante com mais água até uma proporção de água para corante tonalizante de pelo menos 2:1; e

30 - atomizar a solução aquosa de corante tonalizante e opcionalmente mais mistura aquosa sobre a soda leve durante a mistura;

 - opcionalmente acrescentando material inorgânico com capacidade

carreadora de líquido, que pode incluir sal hidratável ou zeólito adicional, onde a aglomeração de grânulos de corante tonalizante é impedida pela utilização de uma quantidade total de água e da solução de corante tonalizante inferior a 15 % p/p, de preferência inferior a 10 % p/p, do peso do grânulo produzido.

Resumo**Grânulos de Corante Tonalizante, sua Utilização na Formulação de Detergentes e Processo para sua Fabricação**

- 5 Um grânulo para utilização como aditivo em uma composição em pó para lavar roupas, com o grânulo tendo distribuição da dimensão da partícula de modo que 90 % p/p sejam menores de 300 micrometros, de preferência 250 micrometros em diâmetro, com o grânulo compreendendo: 0,05 a 0,5 % p/p de corante tonalizante substantivo de tecidos (sólido) absorvido em pelo menos 80
- 10 % p/p de sal hidratavel.