



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

(11) BR 112013009131-2 B1

(22) Data do Depósito: 07/09/2011

(45) Data de Concessão: 12/06/2018



(54) Título: PRODUTO EMBALADO

(51) Int.Cl.: C11D 17/00; B65D 1/02; B65D 41/26; B65D 83/06

(30) Prioridade Unionista: 14/10/2010 EP EP10187507

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

(72) Inventor(es): JUDITH MARIA BONSALL; ANDREW PAUL CHAPPLE; STEPHEN THOMAS KENINGLEY; JOHN FRANCIS HUBBARD

“PRODUTO EMBALADO”

Campo da Invenção

A presente invenção refere-se à dosagem e a distribuição de composições detergentes concentradas.

5

Histórico da Invenção

As composições detergentes concentradas oferecem benefícios enormes de potencial decorrentes do tamanho do pacote reduzido, o qual tem reduções consequentes nas economias de transporte e benefícios ambientais. Entretanto, com produtos altamente concentrados, tais economias podem ser destruídas muito rapidamente por dosagem incorreta. Mesmo quantidades muito pequenas de desperdício de produtos altamente concentrados podem elevar-se a quantidades substanciais de químicos quando alguém considera o enorme número de consumidores realizando operações de lavagem regularmente. Um problema com alguns líquidos altamente concentrados é que os líquidos aderem à superfície do dispositivo de dosagem, por isso a superfície do dispositivo de dosagem reterá algum produto depois do líquido ter sido derramado de tal dispositivo. Uma solução seria colocar o dispositivo de dosagem diretamente no licor de lavagem. Entretanto, isso então irá requerer um dispositivo de dosagem e fechamento separados, se a embalagem for fechada durante o processo de lavagem. Os produtos particulados conhecidos podem deixar menos resíduo do produto, na forma de finos. Entretanto, isso ainda é indesejável.

10

15

20

Sumário da Invenção

Um objetivo da presente invenção é, portanto, fornecer um produto detergente concentrado embalado que elimina ou pelo menos reduz o produto 'perdido' que permanece bloqueado na embalagem sem enxágue.

25

De acordo com um aspecto da presente invenção, é provido um produto embalado compreendendo uma combinação de uma composição detergente particulada concentrada e uma embalagem, a dita embalagem compreendendo um dispositivo de dosagem unitária e fechamento, e no qual

30

pelo menos 70% em número de partículas da composição compreende um núcleo de tensoativo alto e um revestimento duro.

A combinação de acordo com a presente invenção é vantajosa, visto que, o fechamento é o dispositivo de dosagem e não há necessidade para dois dispositivos separados. Esses são providos por um dispositivo único comum. A quantidade reduzida de material envolvido em um dispositivo único é substancial. As partículas grandes da presente invenção não formam um filme sobre o reservatório. O revestimento reduz a espessura do núcleo do tensoativo higroscópico onde as partículas são livres fluindo através de uma superfície. Isso juntamente com o tamanho da partícula significa que qualquer composição deixada na embalagem após o tombamento/derramamento está presente em quantidades localizadas. Um toque suave libera-os e deve permanecer visível, resíduo localizado totalmente removível.

A presente invenção é altamente vantajosa para composições que são dosadas através dos dispositivos de distribuição da máquina, tais como a gaveta da máquina de carregamento frontal das máquinas de lavar automáticas; ou para aqueles processos de lavagem onde a composição é dosada diretamente dentro do licor de lavagem.

A provisão de uma dosagem única e um dispositivo de fechamento é especialmente vantajosa com embalagens tendo uma abertura de distribuição estreita. Então, isso apenas requer um tamanho menor de fechamento requerido, de modo que o dispositivo de dosagem e fechamento possa ser facilmente manuseado, em uma mão. Isso permite a manipulação hábil durante o enchimento do dispositivo de dosagem da máquina, tal como o enchimento da gaveta da máquina de lavar em processo de lavagem de roupa.

Consequentemente, a embalagem preferencialmente compreende uma abertura de distribuição estreita.

Uma abertura de distribuição estreita normalmente não seria desejável em uma embalagem para composições de lavagem de roupa particuladas convencionais. Entretanto, o fluxo confiável e previsível da composição particulada da presente invenção permite isso. O fluxo pode

prosseguir sem os bloqueios normalmente associados com os pós de lavagem de roupa conhecidos fluindo através de aberturas de distribuição estreitas.

O fluxo confiável, lento e constante é provido pelas partículas revestidas. A partir das experiências com os consumidores, foi determinado
5 que esse comportamento de fluxo benéfico é devido à forma com que as partículas mantêm o fluxo mesmo depois da contenção do recipiente. O largo formato das partículas reduz o impacto da espessura, uma vez que o número de pontos de ponte em potencial é reduzido e a força exercida por cada partícula quando tenta mover-se é muito maior que um pó convencional devido
10 à massa de cada partícula ser aproximadamente 25 vezes maior. Como tal, as partículas podem ser descritas como partículas de massa alta.

Consequentemente, de acordo com um aspecto a presente invenção compreende um produto embalado, compreendendo uma combinação de uma composição detergente particulada concentrada e uma
15 embalagem, a dita embalagem compreendendo um dispositivo de dosagem unitária e fechamento, e no qual pelo menos 70% em número de partículas da composição compreende um particulado de núcleo de massa alta.

A abertura de distribuição estreita é preferencialmente de 2 a 5 cm de diâmetro.

20 A embalagem pode compreender um reservatório alongado, vertical, para armazenar a composição; por exemplo, uma garrafa.

Outras embalagens podem, com certeza, ser usadas com a presente invenção, tais como, largos reservatórios de plástico, e esses compreendem preferencialmente uma abertura de distribuição estreita.

25 O mecanismo de fechamento evita que as propriedades de fluxo sejam afetadas pelo ingresso de grandes quantidades de umidade, as quais podem levar à viscosidade. O mecanismo de fechamento pode compreender um mecanismo de encaixe do parafuso para garantir o devido fechamento. Alternativamente, o mecanismo de fechamento pode compreender um
30 mecanismo de encaixe de pressão, preferencialmente com retorno audível para sinalizar positivamente ao consumidor que a embalagem está fechada. Devido

às propriedades da partícula, um revestimento liso do reservatório não é essencial. Os artefatos, tais como, flanges que são requeridos pelo processo de moldagem para fechamentos plásticos, não apresentam um problema importante, o qual não seria o caso para um pó detergente concentrado

5 conhecido ou composição líquida.

A abertura de distribuição estreita pode ser flexível e/ou compreender um material flexível, de modo que seja provida a flexão da abertura.

Preferencialmente, a abertura de distribuição estreita pode

10 compreender uma bica de escoamento.

Preferencialmente, a abertura de distribuição estreita, por exemplo, uma bica, é provida através do corte/rasgo da embalagem ou através da remoção de uma porção da embalagem, por exemplo, ao longo de uma linha de enfraquecimento. Por exemplo, a abertura pode ser provida pela tira

15 definida por perfurações no material da embalagem. Nas realizações compreendendo uma porção cônica, isso pode apenas estar aparente após a remoção de uma porção da embalagem.

Nessa aplicação, todas as porcentagens, a menos que indicado de outra forma, se destinam a ser porcentagens em peso.

20 A dosagem única e o dispositivo de fechamento é preferencialmente suficientemente rígida no material ou construção de modo que uma porção, por exemplo, uma base ou uma parede lateral, possa ser aproveitada para mover as partículas dentro do dispositivo. Preferencialmente, tal batida cria um retorno audível ao usuário para guiá-los para a passagem

25 das partículas. Para este fim, um dispositivo rígido é vantajoso.

Preferencialmente, a ou cada embalagem compreende pelo menos uma porção transparente. Isso fornece retorno positivo ao consumidor em relação ao esvaziamento apropriado do dispositivo de dosagem e fechamento.

Na medida em que a embalagem é considerada, "transparente" significa que sua transmitância de luz é maior que 25% no comprimento de onda de cerca de 410 a 800 nm.

A camada transparente da embalagem, de acordo com a presente invenção, preferencialmente tem uma transmitância de mais de 25%, mais preferencialmente mais de 30%, mais preferencialmente mais de 40%, mais preferencialmente mais de 50% na parte visível do espectro (aprox. 410 a 800 nm).

Alternativamente, a absorbância da camada transparente pode ser medida como menos de 0,6 (aproximadamente equivalente a 25% de transmitância) ou como tendo transmitância maior que 25%, em que a % de transmitância é igual a:

$$\frac{1}{10^{\text{absorbância}}} \times 100\%$$

Por outro lado, a absorbância da camada opaca pode ser medida como mais de 0,6. Para as finalidades da presente invenção, contanto que um comprimento de onda na faixa de luz visível tenha mais que 25% de transmitância, o recipiente é considerado transparente.

Alternativamente, a absorbância da garrafa pode ser medida como menos de 0,6 (aproximadamente equivalente a 25% de transmitância) ou tendo transmitância maior que 25%, em que % a transmitância é igual a: $10^{\text{absorbância}} \times 100\%$ e níveis de absorbância correspondente para os níveis preferidos restantes acima.

Os materiais adequados para a embalagem incluem, entre outros: polipropileno (PP), polietileno (PE), policarbonato (PC), poliamidas (PA) e/ou polietileno tereftalato (PETE), cloreto de polivinila (PVC); e poliestireno (PS). O recipiente pode ser formado por extrusão, moldagem, por exemplo, moldagem por sopro de uma pré-forma ou por termoformação ou por moldagem por injeção.

Preferencialmente, a composição compreende mais de 50% em peso de tensoativo detergente. Preferencialmente, o núcleo compreende principalmente tensoativo. Preferencialmente, as partículas embaladas são substancialmente da mesma forma e tamanho entre si.

5 A quantidade de revestimento em cada partícula revestida é vantajosamente de 10 a 45%, mais preferencialmente 20 a 35% em peso das partículas.

A porcentagem numérica da composição embalada das partículas compreendendo o núcleo e o revestimento é preferencialmente pelo menos 10 85%.

Preferencialmente, o revestimento compreende sal inorgânico solúvel em água. As partículas revestidas preferencialmente compreendem de 0,001 a 3% em peso de perfume.

O núcleo das partículas revestidas preferencialmente compreende 15 menos de 5% em peso, ainda mais preferencialmente menos de 2,5% em peso de materiais inorgânicos.

O revestimento é preferencialmente carbonato de sódio, opcionalmente na mistura com uma menor quantidade de SCMC e ainda opcionalmente na mistura com um ou mais de silicato de sódio, fluorescência 20 solúvel em água, corante de sombreamento dispersível ou solúvel em água e pigmento ou corante colorido.

Preferencialmente, cada partícula tem dimensões perpendiculares x, y e z, em que x é de 0,2 a 2 mm, y é de 2,5 a 8 mm (preferencialmente 3 a 8 mm), e z é de 2,5 a 8 mm (preferencialmente 3 a 8 mm).

25 As partículas são desejavelmente esferas oblatas com diâmetro de 3 a 6 mm e espessura de 1 a 2 mm.

Pelo menos alguma, e preferencialmente uma porção principal pelo número das partículas pode ser colorida exceto de branco, uma vez que isso torna mais fácil vê-los para determinar que o nível de dose requerido tenha 30 sido alcançado. Foi descoberto que as partículas multicoloridas, por exemplo, algumas azuis e algumas brancas, proveem um apelo visual ainda maior.

No documento PCT/EP2010/055256 e PCT/EP2010/055257, é descrito um processo para fabricação de partículas detergentes compreendendo as etapas de:

- 5 a) formação de uma mistura de tensoativo líquido compreendendo uma quantidade principal de tensoativo e uma quantidade menor de água, a parte do tensoativo consistindo em pelo menos 51% em peso de sulfonato de alquilbenzeno linear e pelo menos um co-tensoativo, a mistura de tensoativo consistindo em no máximo 20% em peso de tensoativo não iônico;
- 10 b) secagem da mistura do tensoativo líquido da etapa (a) em um evaporador ou secador em um teor de umidade de menos de 1,5% em peso e resfriamento da saída do evaporador ou secador;
- 15 c) alimentação do material resfriado, cuja saída compreende pelo menos 93% em peso da mistura do tensoativo com uma parte principal de LAS, para uma extrusora, opcionalmente com menos de 10% em peso de outros materiais tais como perfume, fluorescência, e extrusão da mistura do tensoativo para formar um extrudado enquanto periodicamente corta o extrudado para formar partículas duras de detergente com um diâmetro em todo o extrudado de mais de 2 mm e uma espessura ao longo do eixo do extrudado de mais de 0,2 mm, contanto que o diâmetro seja maior que a espessura;
- 20 d) opcionalmente, revestimento das partículas duras de detergente extrudadas com até 30% em peso de material de revestimento, preferencialmente selecionado de material inorgânico e misturas de tal material e material não iônico com um ponto de fusão na faixa de 40 a 90°C.

Para facilitar a extrusão, pode ser vantajoso para a saída seca
25 resfriada do estágio do evaporado ou secador (b) compreendendo pelo menos 95% em peso, preferencialmente 96% em peso, mais preferencialmente 97% em peso, mais preferencialmente 98% em peso de tensoativo ser transferida a um moinho e moído em partículas de menos de 1,5 mm, preferencialmente menos de 1 mm de diâmetro médio antes de ser alimentado na etapa de
30 extrusão (c).

Para modificar as propriedades do material moído, um auxílio de fluxo em pó, tal como Aerosil®, Alusil® ou Microsil®, com um diâmetro de partícula de 0,1 a 10 µm pode ser adicionado ao moinho em uma quantidade de 0,5 a 5% em peso, preferencialmente 0,5 a 3% em peso (com base na saída do moinho) e misturado nas partículas durante a moagem.

A saída da etapa b ou a etapa de moagem intermediária, se usada, é alimentada na extrusora, opcionalmente junto a quantidades menores (menos de 10% em peso do total) de outros materiais, tais como, perfume e/ou fluorescência, e a mistura de materiais alimentada na extrusora é extrudada para formar um extrudado com um diâmetro de mais de 2 mm, preferencialmente mais de 3 mm, mais preferencialmente mais de 4 mm e preferencialmente com um diâmetro de menos de 7 mm, mais preferencialmente menos de 5 mm, enquanto periodicamente corta o extrudado para formar partículas duras detergentes com uma espessura máxima de mais de 0,2 mm e menos de 3 mm, preferencialmente menos de 2 mm, mais preferencialmente menos de cerca de 1,5 mm e mais de cerca de 0,5 mm, mesmo 0,7 mm. Enquanto o extrudado preferido é da seção transversal circular, a presente invenção também engloba outras seções transversais, tais como seções transversais triangulares, retangulares e mesmo complexas, tais como algo imitando uma flor com “pétalas” rotacionalmente simétricas. De fato, a presente invenção pode ser operada em qualquer extrudado que pode ser forçado através de um furo na extrusora ou placa da extrusora; a chave sendo a espessura média do extrudado deve ser mantida abaixo do nível onde a dissolução será lenta. Conforme discutido acima, essa é a espessura de cerca de 2 mm. Desejavelmente, as múltiplas extrusões são feitas simultaneamente e todas elas podem ter a mesma seção transversal ou podem ter seções transversais diferentes. Normalmente, todas elas terão o mesmo comprimento uma vez que elas são cortadas pela faca. A faca de corte deve ser tão fina quanto possível para permitir extrusão de alta velocidade e mínima distorção do extrudado durante o corte. A extrusão deve preferencialmente ocorrer em uma temperatura menor que 45°C, mais preferencialmente menor que 40°C

para evitar viscosidade e facilitar o corte. Os extrudados de acordo com o presente processo são cortados de modo que sua dimensão principal seja transversal à extrusora e a dimensão menor esteja junto ao eixo da extrusora. Esse é o oposto à extrusão normal de tensoativos. Cortar dessa forma
5 aumenta a área de superfície que é uma superfície "cortada". Isso também permite que a partícula extrudada se expanda consideravelmente ao longo do seu eixo após o corte, enquanto mantém uma superfície relativamente alta à razão volumétrica, que se acredita que aumente sua solubilidade e também resulte em uma aparência biconvexa atrativa ou de lentilha. Em outro lugar, se
10 refere a essa forma como uma esfera oblata. Isso é essencialmente uma rotação de uma elipse sobre seu menor eixo.

É surpreendente que em teores de água muito baixos, as misturas de tensoativo contendo LAS podem ser extrudados para fazer partículas detergentes sólidas que são duras o suficiente para serem usadas sem
15 qualquer necessidade de serem estruturadas pelos materiais inorgânicos ou outros estruturantes como comumente encontrados nas partículas detergentes extrudadas da técnica anterior. Assim, a quantidade de tensoativo na partícula detergente pode ser muito maior e a quantidade do construtor na partícula detergente pode ser muito menor.

20 Preferencialmente, a mistura na etapa (a) compreende pelo menos cerca de 60% em peso, mais preferencialmente pelo menos cerca de 70% em peso de tensoativo e preferencialmente no máximo cerca de 40% em peso, mais preferencialmente no máximo 30% em peso de água, a parte do tensoativo consistindo em pelo menos 51% em peso linear de sal de alquil
25 benzeno sulfonato (LAS) e pelo menos um co-tensoativo;

Preferencialmente, o co-tensoativo é escolhido do grupo consistindo em: SLES e não iônico, junto ao sabão opcional e suas misturas. A única condição é que quando não iônico for usado, foi descoberto que o limite superior para a quantidade de tensoativo não iônico é de 20% em peso do
30 tensoativo total para evitar que o material seco seja muito macio e coesivo para extrudar porque tem um valor de dureza de menos de 0,5 MPa.

Preferencialmente, a mistura de tensoativo é seca na etapa (b) para um teor de umidade de menos de 1,2% em peso, mais preferencialmente menos de 1,1 % em peso, e mais preferencialmente menos de 1% em peso.

5 A secagem pode adequadamente ser realizada usando um evaporador de filme líquido ou um secador Chemithon Turbo Tube®.

As partículas detergentes duras extrudadas podem ser revestidas pela transferência delas a um leito fluidizado e pulverização delas até 40% em peso (com base na partícula detergente revestida) de material inorgânico em solução aquosa e secagem da água.

10 Se o material de revestimento não está contribuindo para o desempenho de lavagem da composição, então é desejável manter o nível de revestimento tão baixo quanto possível, preferencialmente menos de 35% em peso, mesmo menos de 30% em peso, especialmente para partículas extrudadas mais largas com uma área de superfície para razão volumétrica de
15 mais de 4 mm^{-1} .

Surpreendentemente, foi descoberto que a aparência das partículas revestidas em uma embalagem é muito agradável. Sem pretender estar limitado pela teoria, acredita-se que essa aparência do revestimento de alta qualidade é devido à maciez do extrudado subjacente e partículas
20 cortadas. Ao começar com uma superfície macia, foi descoberto inesperadamente o quão fácil é a obtenção de uma finalização de revestimento de alta qualidade (conforme medido pela reflexão e suavidade da luz) usando técnicas simples de revestimento.

A presente invenção também provê uma composição detergente
25 compreendendo pelo menos 70% em peso, preferencialmente pelo menos 85% em peso das partículas revestidas realizadas usando o processo de acordo com a invenção. Entretanto, as composições com até 100% em peso das partículas são possíveis quando aditivos básicos são incorporados nas partículas extrudadas ou em seu revestimento. A composição também pode
30 compreender, por exemplo, um grânulo antiespuma.

Quando a partícula é revestida, é preferido se o revestimento for colorido. As partículas de diferentes cores podem ser usadas em mistura ou elas podem ser misturadas com pó contrastante. Com certeza, as partículas da mesma cor, uma conforme a outra, também podem ser usadas para formar uma composição completa. Conforme descrito acima, a qualidade de revestimento e aparência é muito boa devido à superfície excelente dos extrudados cortados nos quais o revestimento é aplicado em associação com o largo tamanho de partícula e razões de S/V das partículas preferidas.

É particularmente preferido que as partículas detergentes compreendam perfume. O perfume pode ser adicionado na extrusora ou pré-misturado com a mistura de tensoativo no moinho ou em um misturador colocado após o moinho, tanto como um líquido ou como partículas de perfume encapsuladas. Em um processo alternativo, o perfume pode ser misturado com um material não iônico e misturado. Tal mistura pode, alternativamente, ser aplicada através do revestimento das partículas extrudadas, por exemplo, pela pulverização delas misturadas com tensoativo não iônico fundido. O perfume também pode ser introduzido na composição por meio de um grânulo de perfume separado e então a partícula detergente não precisa compreender nenhum perfume.

Descrição da Invenção

Mistura de Tensoativo

Preferencialmente, a composição compreende mais de 50% em peso de tensoativo detergente. As misturas de tensoativo que não requerem construtores para estarem presentes para detergência eficaz em água dura são preferidas. Tais misturas são chamadas misturas de tensoativo tolerantes ao cálcio se elas passarem no teste apresentado a seguir. Assim, pode ser vantajoso se o núcleo extrudado for feito usando uma mistura de tensoativo tolerante ao cálcio de acordo com o teste descrito aqui. Entretanto, a presente invenção também pode ser de uso para lavagem com água macia, tanto de ocorrência natural ou feita usando um amaciante de água. Nesse caso, a

tolerância ao cálcio não é mais importante e as misturas, outras diferentes das tolerantes ao cálcio, podem ser usadas.

LAS pode ser pelo menos parcialmente substituído por MES ou, menos preferencialmente, parcialmente substituído por até 20% em peso de PAS.

Mistura

Os tensoativos são misturados juntos antes de serem introduzidos no secador. Equipamento de mistura convencional é usado.

Secagem

Para alcançar o teor de umidade muito baixo da mistura de tensoativo, os dispositivos de filme raspados podem ser usados. Uma forma preferida de dispositivo de filme raspado é um evaporador de filme líquido. Tal evaporador de filme líquido é o "sistema Dryex" com base em um evaporador de filme líquido disponível de Ballestra S.p.A.. O equipamento de secagem alternativo inclui secadores tipo tubo, tais como um secador Chemithon Turbo Tube®, e secadores de sabão.

Resfriamento e Moagem

O material quente que sai do secador de filme raspado é subsequentemente resfriado e quebrado em pedaços de tamanho adequado para alimentar a extrusora. Simultaneamente, resfriamento e quebra dos flocos podem convenientemente ser realizados usando um rolo frio. Se os flocos do rolo frio não forem adequados para alimentação direta na 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, tais como um moinho de fita. Tal material moído ou misturado é desejavelmente de tamanho de partícula de 1 mm ou menos para alimentação da extrusora.

É particularmente vantajoso adicionar um auxílio de moagem nesse 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 tais materiais, pode ser mencionado, por meio de exemplo: Aerosil®, Alusil®, e Microsil®.

Extrusão e Corte

5 A extrusora fornece outras oportunidades para misturar nos ingredientes sem ser tensoativos, ou mesmo adicionar outros tensoativos. Entretanto, é geralmente preferido que todo o tensoativo aniônico, ou outro tensoativo fornecido na mistura com água, isto é, como pasta ou como solução, seja adicionado no secador para garantir que o teor de água possa ser reduzido e o material alimentado para e através da extrusora seja

10 suficientemente seco. Os materiais adicionais que podem ser misturados na extrusora são, assim, principalmente aqueles que são usados em níveis muito baixos em uma composição detergente: tais como agente fluorescente, corante de sombreamento, enzimas, perfume, antiespumantes de silicone, aditivos poliméricos e conservantes. Foi descoberto que o limite em tais materiais

15 adicionais é cerca de 10% em peso, mas é preferido para a qualidade do produto ser ideal em um máximo de 5% em peso. Os aditivos sólidos são geralmente preferidos. Os líquidos, tais como, perfume podem ser adicionados em níveis até 2,5% em peso, preferencialmente até 1,5% em peso. Os materiais ou construtores de estruturação particulados sólidos (absorção de

20 líquido), tais como zeólitos, carbonato, silicato, são preferencialmente não adicionado à mistura sendo extrudada. Esses materiais não são necessários devido às propriedades de autoestruturação do material de alimentação com base em LAS muito seco. Se algum for usado, a quantidade total deve ser

25 menos de 5% em peso, preferencialmente menos de 4% em peso, mais preferencialmente menos de 3% em peso. Em tais níveis, nenhuma estruturação significativa ocorre e o material particulado inorgânico é adicionado para uma finalidade diferente, por exemplo, como um auxílio de fluxo para melhorar a alimentação das partículas na extrusora.

A saída da extrusora é formada pela placa de moldagem usada. O

30 material extrudado tem uma tendência a inchar no centro com relação à periferia. Foi descoberto que se um extrudado cilíndrico for regularmente

fatiado conforme ele sai da extrusora, as formas resultantes são cilindros curtos com duas extremidades convexas. Essas partículas são descritas aqui como esferas oblatas ou lentilhas. Essa forma é visualmente agradável.

Revestimento

- 5 Uma variante vantajosa do processo pega as partículas extrudadas fatiadas e as reveste. Isso permite que as partículas sejam facilmente coloridas. Isso também reduz a viscosidade do núcleo do tensoativo higroscópico a um ponto onde as partículas são de fluxo livre. O revestimento torna-os mais adequados para uso em composições detergentes que podem
- 10 ser expostos à umidade alta por longos períodos.

Pelo revestimento de tais partículas extrudadas largas, a espessura do revestimento obtível pelo uso de um nível de revestimento a dizer 5% em peso é muito mais do que seria alcançado em grânulos detergentes tipicamente dimensionados (0,5 a 2 mm de diâmetro da esfera).

- 15 As partículas extrudadas podem ser consideradas como esferas oblatas com um raio maior "a" e um raio menor "b". Por isso, a razão da área da superfície (S) para volume (V) pode ser calculada como:

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

- 20 onde ϵ é a excentricidade da partícula.

Para propriedades de dissolução ideais, essa razão de área de superfície para volume deve ser mais de 3 mm⁻¹. Entretanto, a espessura do revestimento é inversamente proporcional a esse coeficiente e, por isso, para o revestimento, a razão de "área de superfície de partícula revestida" dividida pelo

25 "volume de partícula revestida" deve ser menos de 15 mm⁻¹.

Embora o técnico no assunto possa assumir que qualquer revestimento conhecido possa ser usado, por exemplo, orgânico, incluindo polímero, foi descoberto que é particularmente vantajoso usar um revestimento inorgânico depositado pela cristalização de uma solução aquosa conforme isso

aparece para dar benefícios de dissolução positiva e o revestimento dá uma boa cor à partícula detergente, mesmo em níveis inferiores de revestimento. Um spray aquoso de solução de revestimento em um leito fluidizado também pode gerar um arredondamento mais leve das partículas detergentes durante o processo de fluidização.

As soluções adequadas de revestimento inorgânico incluem carbonato de sódio, possivelmente em mistura com sulfato de sódio e cloreto de sódio. Corantes alimentícios, corantes de sombreamento, agentes fluorescentes e outros modificadores ópticos podem ser adicionados ao revestimento pela dissolução deles em solução ou dispersão de spray. O uso de um sal construtor, tal como, carbonato de sódio é particularmente vantajoso porque permite que a partícula detergente tenha um desempenho ainda melhor pelo tamponamento do sistema em uso em um pH ideal para detergentes máximos do sistema de tensoativo aniônico. Isso também aumenta a força iônica, que é conhecida para 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 usado para aplicar a solução de revestimento, o técnico no assunto saberá como ajustar as condições do spray em termos de número de Stokes e possivelmente número de Akkermans (FNm), de modo que, as partículas são revestidas e não significativamente aglomeradas. Ensino adequado para assistir dessa forma pode ser encontrado nos documentos EP1 187903, EP993505 e Powder technology 65 (1991) 257-272 (Ennis).

Será apreciado pelos técnicos no assunto que múltiplos revestimentos em camadas, dos mesmos materiais de revestimento ou diferentes, poderiam ser aplicados, mas uma camada simples de revestimento é preferida, para simplicidade da operação, e para maximizar a espessura do revestimento. A quantidade de revestimento deve ficar na faixa de 3 a 50% em peso da partícula, preferencialmente 20 a 40% em peso para os melhores resultados em termos de propriedades antiaglomeração das partículas detergentes.

Composição detergente particulada extrudada

As partículas revestidas dissolvem facilmente em água e deixam nenhum ou muito poucos resíduos na dissolução, devido à ausência dos materiais estruturantes insolúveis, tais como, zeólito. As partículas revestidas tem uma aparência visual excepcional, devido à maciez do revestimento acoplado com a maciez das partículas subjacentes, que também se acredita que seja um resultado da falta de material estruturante particulado nas partículas extrudadas.

A partícula detergente revestida é curvada. A partícula detergente revestida é preferencialmente lenticular (em forma de uma lentilha totalmente seca), um elipsoide oblato, onde z e y são os diâmetros equatoriais e x é o diâmetro polar; preferencialmente $y = z$. O tamanho é tal que y e z são pelo menos 3 mm, preferencialmente 4 mm, mais preferencialmente 5 mm e x fica na faixa de 1 a 2 mm.

A partícula detergente revestida pode ser da forma de um disco.

O núcleo é primariamente tensoativo. Ele também pode incluir aditivos, tais como perfume, corante de sobreamento, enzimas, polímeros de limpeza e polímeros de liberação de sujeira.

TENSOATIVO

A partícula detergente revestida compreende entre 50 a 90% em peso de um tensoativo, mais preferencialmente 70 a 90% em peso. Em geral, os tensoativos não iônicos e aniônicos do sistema de tensoativo podem ser escolhidos dos tensoativos descritos "Superficie Active Agents" Vol. 1, by Schwartz & Perry, Interscience 1949, Vol. 2 by Schwartz, Perry & Berch, Interscience 1958, na edição atual de "McCutcheon's Emulsifiers and Detergents" publicados por Manufacturing Confectioners Company ou em "Tenside Taschenbuch", H. Stache, 2nd Edn., Carl Hauser Verlag, 1981. Preferencialmente, os tensoativos usados são saturados.

1) Tensoativos Aniônicos

Os compostos detergentes aniônicos adequados que podem ser usados são normalmente sais de metal alcalino solúveis em água de sulfatos

orgânicos e sulfonatos tendo radicais alquila contendo cerca de 8 a cerca de 22 átomos de carbono, o termo alquila sendo usado para incluir a porção alquila de radicais acila superiores. Exemplos de compostos detergentes aniônicos sintéticos adequados são alquil sulfatos de sódio e potássio, especialmente aqueles obtidos por sulfatação de alcoóis C8 a C18 superiores, produzidos, por exemplo, de óleo de sebo ou coco, alquil benzeno sulfonatos C9 a C20 de sódio e potássio, particularmente alquil benzeno sulfonato C10 a C15 de sódio linear secundário; e alquil gliceril éter sulfatos de sódio, especialmente aqueles ésteres dos alcoóis superiores de óleo de sebo ou coco e alcoóis sintéticos derivados de petróleo. Os tensoativos aniônicos mais preferidos são lauril éter sulfato de sódio (SLES), particularmente preferido como 1 a 3 grupos etóxi, alquil benzeno sulfonatos C10 a C15 de sódio e alquil sulfatos C12 a C18 de sódio. Também aplicáveis são tensoativos, tais como, aqueles descritos nos documentos EP-A-328 177 (Unilever), que mostram resistência à salinização, os tensoativos de poliglicosídeo de alquila no documento EP-A-070 074 e monoglicosídeos de alquila. As cadeias dos tensoativos podem ser ramificadas ou lineares.

Sabões também podem estar presentes. O sabão de ácido graxo usado preferencialmente contém cerca de 16 a cerca de 22 átomos de carbono, preferencialmente em uma configuração de cadeia linear. A contribuição aniônica do sabão pode ser de 0 a 30% em peso do aniônico total. O uso de mais de 10% em peso de sabão não é preferido.

Preferencialmente, pelo menos 50% em peso do tensoativo aniônico é selecionado de: alquil benzeno sulfonatos C11 a C15 de sódio; e, alquil sulfatos C12 a C18 de sódio.

Preferencialmente, o tensoativo aniônico está presente na partícula detergente revestida em níveis entre 15 a 85% em peso, mais preferencialmente 50 a 80% em peso.

2) Tensoativos Não Iônicos

Os compostos detergentes não iônicos adequados que podem ser usados incluem, em particular, os produtos de reação dos compostos tendo um

grupo hidrofóbico e um átomo de hidrogênio reativo, por exemplo, alcoóis alifáticos, ácidos, amidas ou alquil fenóis com óxidos de alquilenos, especialmente óxido de etileno sozinho ou com óxido de propileno. Os compostos detergentes não iônicos preferidos são condensados de óxido C6 a C22 de alquil fenol-etileno, geralmente 5 a 25 EO, isto é, 5 a 25 unidades de óxido de etileno por molécula, e os produtos de condensação de alcoóis alifáticos C8 a C18 primários ou secundários, lineares ou ramificados com óxido de etileno, geralmente 5 a 50 EO. Preferencialmente, o não iônico é 10 a 50 EO, mais preferencialmente 20 a 35 EO. Os etoxilados de alquila são particularmente preferidos.

Preferencialmente, o tensoativo não iônico está presente na partícula detergente revestida em níveis entre 5 a 75% em peso, mais preferencialmente 10 a 40% em peso.

O tensoativo catiônico pode estar presente como menor ingrediente em níveis preferencialmente entre 0 a 5% em peso.

Preferencialmente, todos os tensoativos são misturados juntos antes de serem secos. O equipamento de mistura convencional pode ser usado. O núcleo do tensoativo da partícula detergente pode ser formado por compactação por rolos e subsequentemente revestido com um sal inorgânico.

20 Sistema de Tensoativo Tolerante ao Cálcio

Em outro aspecto, o núcleo é tolerante ao cálcio e esse é um aspecto preferido porque isso reduz a necessidade de um construtor.

As misturas do tensoativo que não requerem construtores para estarem presentes para detergência eficaz em água dura são preferidas. Tais misturas são chamadas misturas de tensoativo tolerantes ao cálcio se elas passarem no teste estabelecido. Entretanto, a presente invenção também pode ser de uso para lavagem com água macia, de ocorrência natural ou feita usando um amaciante de água. Nesse caso, a tolerância ao cálcio não é mais importante e as misturas, diferentes daquelas tolerantes ao cálcio, podem ser usadas.

A tolerância ao cálcio da mistura do tensoativo é testada como segue:

A mistura do tensoativo em questão é preparada em uma concentração de 0,7 g de tensoativos sólidos por litro de água contendo íons de cálcio suficientes para dar uma dureza francesa de 40 (4×10^{-3} Molar Ca^{2+}). Outros eletrólitos livres de íons de dureza, tais como, cloreto de sódio, sulfato de sódio e hidróxidos de sódio são adicionados à solução para ajustar a força iônica para 0,05 M e o pH para 10. A absorção da luz de comprimento de onda 540 nm por 4 mm de amostra é medida 15 minutos após a preparação da amostra. Dez medições são realizadas e um valor médio é calculado. As amostras que dão um valor de absorção de menos de 0,08 são consideradas tolerantes ao cálcio.

Exemplos de misturas de tensoativo que satisfazem o teste acima para tolerância ao cálcio incluem aqueles que têm uma parte maior de tensoativo de LAS (que não é tolerante ao cálcio em si) misturada com um ou mais tensoativos (co-tensoativos) que são tolerantes ao cálcio para dar uma mistura que é suficientemente tolerante ao cálcio a ser usável com pouco ou nenhum construtor e passar a dado teste. Os co-tensoativos tolerantes ao cálcio adequado incluem SLES 1 -7EO, e tensoativos não iônicos de etoxilado de alquila, particularmente aqueles com pontos de fusão menor que 40°C.

Uma mistura de tensoativo LAS/SLES tem um perfil de espuma superior para uma mistura de tensoativo não iônico LAS e é, portanto, preferida para formulações de lavagem manual que requerem altos níveis de espuma. SLES pode ser usado em níveis de até 30%.

Uma mistura de tensoativo LAS/NI provê uma partícula mais dura e seu perfil de espuma inferior a torna mais adequada para uso na máquina de lavar automática.

REVESTIMENTO

O componente principal do revestimento é o sal inorgânico solúvel em água. Outros ingredientes compatíveis com água podem ser incluídos no

revestimento. Por exemplo, agente fluorescente, SCMC, corante de sombreamento, silicato, pigmentos e corantes.

Sais inorgânicos solúveis em água

Os sais inorgânicos solúveis em água são preferencialmente selecionados de: carbonato de sódio, cloreto de sódio, silicato de sódio e sulfato de sódio ou suas misturas, mais preferencialmente 70 a 100% em peso de carbonato de sódio. O sal inorgânico solúvel em água está presente como um revestimento na partícula. O sal inorgânico solúvel em água está preferencialmente presente em um nível que reduz a viscosidade da partícula detergente a um ponto onde as partículas são de fluxo livre.

Será apreciado pelos técnicos no assunto que múltiplos revestimentos em camadas, dos mesmos materiais de revestimento ou diferentes, poderiam ser aplicados, mas uma camada simples de revestimento é preferida, para simplicidade da operação, e para maximizar a espessura do revestimento. A quantidade de revestimento deve ficar na faixa de 1 a 40% em peso da partícula, preferencialmente 20 a 40% em peso, ainda mais preferencialmente 25 a 35% em peso para os melhores resultados em termos de propriedades antiaglomeração das partículas detergentes.

O revestimento é aplicado na superfície do núcleo do tensoativo, pela cristalização de uma solução aquosa do sal inorgânico solúvel em água. A solução aquosa preferencialmente contém mais de 50 g/L, mais preferencialmente 200 g/L do sal. Foi descoberto que um spray aquoso da solução do revestimento em um leite fluidizado dá bons resultados e também podem gerar um ligeiro arredondamento das partículas detergentes durante o processo de fluidização. Coloração e/ou resfriamento podem ser necessários para finalizar o processo.

Ao revestir as largas partículas detergentes da presente invenção, a espessura do revestimento obtenível pelo uso de um nível de revestimento a dizer 5% em peso é muito mais do que seria alcançado em grânulos detergentes tipicamente dimensionados (0,5 a 2 mm de diâmetro da esfera).

Para propriedades de dissolução ideais, essa razão da área de superfície para volume deve ser mais de 3 mm^{-1} . Entretanto, a espessura do revestimento é inversamente proporcional a esse coeficiente e, por isso, para o revestimento, a razão de “área de superfície de partícula revestida” dividida pelo

5 “volume de partícula revestida” deve ser menor que 15 mm^{-1} .

Uma partícula detergente revestida preferida tolerante ao cálcio compreende de 15 a 100% em peso de tensoativo aniônico dos quais 20 a 30% em peso é lauril éter sulfato de sódio.

Corante

10 O corante pode vantajosamente ser adicionado ao revestimento, conforme notado acima, também pode ser adicionado à mistura do tensoativo no núcleo. Nesse caso, preferencialmente, o corante é dissolvido no tensoativo antes do núcleo ser formado.

Corantes são descritos em Corantes Industriais editados por K. Hunger 2003 Wiley-VCH ISBN 3-527-30426-6.

15

Os corantes são selecionados de corantes aniônicos e não iônicos. Os corantes aniônicos são negativamente carregados em um meio aquoso a pH 7. Exemplos de corantes aniônicos são encontrados nas classes de corantes ácidos e diretos no Índice de Cor (Society of Dyers e Colourists and American Association of Textile Chemists and Colorists). Os corantes aniônicos preferencialmente contêm pelo menos um sulfonato ou grupos carboxilato. Os corantes não iônicos são descarregados em um meio aquoso em pH 7, exemplos são encontrados em classe de corantes dispersos no Índice de Cor.

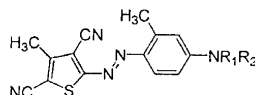
20

25 Os corantes podem ser alcoxilados. Os corantes alcoxilados são preferencialmente da forma genérica a seguir: Corante-NR1R2. O grupo NR1R2 é anexado a um anel aromático do corante. R1 e R2 são independentemente selecionados de cadeias de polioxilalquileno tendo 2 ou mais unidades de repetição e preferencialmente tendo de 2 a 20 unidades de

30 repetição. Exemplos de cadeias de polioxilalquileno incluem óxido de etileno, óxido de propileno, óxido de glicidol, óxido de butileno e suas misturas.

Uma cadeia de polioxialquileno preferido é $[(CH_2CR_3HO)_x(CH_2CR_4HO)_yR_5]$ em que $x+y \leq 5$ em que $y \geq 1$ e $z = 0$ a 5, R_3 é selecionado de: H; CH_3 ; $CH_2O(CH_2CH_2O)_zH$ e suas misturas; R_4 é selecionado de: H; $CH_2O(CH_2CH_2O)_zH$ e suas misturas; e, R_5 é selecionado de: H; e, CH_3

Um corante alcoxilado preferido para uso na presente invenção é:



10 Preferencialmente, o corante é selecionado de corantes ácidos; corantes dispersos e corantes alcoxilados.

Mais preferencialmente, o corante é um corante não iônico.

Preferencialmente, o corante é selecionado daqueles tendo: antraquinona; monoazo; bisazo; xanteno; ftalocianina; e, cromóforos de fenazina. Mais preferencialmente, o corante é selecionado daqueles tendo: 15 antraquinona e cromóforos de monoazo.

Em um processo preferido, o corante é adicionado à pasta de revestimento e agitado antes de aplicar no núcleo da partícula. A aplicação pode ser por qualquer método adequado, preferencialmente pulverização no 20 núcleo da partícula conforme detalhado acima.

O corante pode ser qualquer cor, preferível o corante azul, violeta, verde ou vermelho. Mais preferencialmente, o corante azul ou violeta.

Preferencialmente, o corante é selecionado de: ácido azul 80, ácido azul 62, ácido violeta 43, ácido verde 25, direto azul 86, ácido azul 59, 25 ácido azul 98, direto violeta 9, direto violeta 99, direto violeta 35, direto violeta 51, ácido violeta 50, ácido amarelo 3, ácido vermelho 94, ácido vermelho 51, ácido vermelho 95, ácido vermelho 92, ácido vermelho 98, ácido vermelho 87, ácido amarelo 73, ácido vermelho 50, ácido violeta 9, ácido vermelho 52, alimentício preto 1, alimentício preto 2, ácido vermelho 163, ácido preto 1,

ácido laranja 24, ácido amarelo 23, ácido amarelo 40, ácido amarelo 11, ácido vermelho 180, ácido vermelho 155, ácido vermelho 1, ácido vermelho 33, ácido vermelho 41, ácido vermelho 19, ácido laranja 10, ácido vermelho 27, ácido vermelho 26, ácido laranja 20, ácido laranja 6, ftalocianinas Al e Zn sulfonadas, 5 solvente violeta 13, violeta dispersa 26, violeta dispersa 28, solvente verde 3, solvente azul 63, azul disperso 56, violeta disperso 27, solvente amarelo 33, azul disperso 79:1.

O corante é preferencialmente um corante de sombreamento para transmitir uma percepção de brancura para um têxtil detergente.

10 O corante pode ser covalentemente ligado em espécies poliméricas.

Uma combinação de corantes pode ser usada.

Partícula Detergente Revestida

15 Preferencialmente, a partícula detergente revestida compreende de 70 a 100% em peso, mais preferencialmente 85 a 90% em peso, de uma composição detergente em uma embalagem.

Preferencialmente, as partículas detergentes revestidas são substancialmente da mesma forma e tamanho, por isso significa que pelo menos 90 a 100% das partículas detergentes revestidas nas dimensões de x, y 20 e z estão dentro de 20%, preferencialmente 10%, variável da partícula detergente revestida maior para a menor na dimensão correspondente.

Teor de Água

A partícula preferencialmente compreende de 0 a 15% em peso de água, mais preferencialmente 0 a 10% em peso, mais preferencialmente de 25 1 a 5% em peso de água, a 293K e 50% de umidade relativa. Isso facilita a estabilidade de armazenamento da partícula e suas propriedades mecânicas.

Outros Ingredientes

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

30 Agente Fluorescente

A partícula detergente revestida preferencialmente compreende um agente fluorescente (branqueador óptico). Os agentes fluorescentes são bem conhecidas e muitos desses agentes fluorescentes estão disponíveis comercialmente. Usualmente, esses agentes fluorescentes são fornecidos e
 5 usados na forma de seus sais de metal alcalino, por exemplo, os sais de sódio. A quantidade total do(s) agente(s) fluorescente(s) usado(s) na composição é geralmente de 0,005 a 2% em peso, mais preferencialmente 0,01 a 0,1% em peso. Os agentes fluorescentes adequados para uso na presente invenção são descritos no capítulo 7 de Corantes Industriais editados por K. Hunger 2003
 10 Wiley-VCH ISBN 3-527-30426-6.

Os agentes fluorescentes preferidos são selecionados das classes distirilbifenilas, triazinilaminoestilbenos, bis(1,2,3-triazol-2-il)estilbenos, bis(benzo[b]furan-2-il)bifenilas, 1,3-difenil-2-pirazolinas e cumarinas. O agente fluorescente é preferencialmente sulfonado.

15 As classes preferidas de agentes fluorescentes são: compostos de di-estiril bifenila, por exemplo, Tinopal (Trade Mark) CBS-X, compostos de ácido di-amina estilbeno dissulfônico, por exemplo, Tinopal DMS puro Xtra e Blankophor (Trade Mark) HRH, e compostos de Pirazolina, por exemplo, Blankophor SN. Os agentes fluorescentes preferidos são: 2(4-estiril-3-
 20 sulfofenil)-2H-naptol[1,2-d]triazol de sódio, 4,4'-bis{[(4-anilino-6-(N metil-N-2hidroxietil) amino 1,3,5-triazin-2-il)]amino}estilbeno-2-2' dissulfonato dissódio, 4,4'-bis{[(4-anilino-6-morfolino-1,3,5-triazin-2-il)]amino}estilbeno-2-2' dissulfonato dissódio e 4,4'-bis(2-sulfoestiril)bifenila dissódio.

Tinopal® DMS é o sal de dissódio de 4,4'-bis{[(4-anilino-6-
 25 morfolino-1 ,3,5-triazin-2-il)]amino}estilbeno-2-2' dissulfonato dissódio. Tinopal® CBS é o sal de dissódio de 4,4'-bis(2-sulfoestiril)bifenila dissódio.

Perfume

Preferencialmente, a composição compreende um perfume. O perfume está preferencialmente na faixa de 0,001 a 3% em peso, mais
 30 preferencialmente 0,1 a 1% em peso. Muitos exemplos adequados de perfumes são providos na CTFA (Cosmetic, Toiletry and Fragrance

Association) 1992 International Buyers Guide, publicado por CFTA Publications and OPD 1993 Chemicals Buyers Directory 80th Annual Edition, publicado por Schnell Publishing Co.

5 É comum para uma pluralidade de componentes de perfume estar presente em uma formulação. Nas composições da presente invenção, é previsto que haverá quatro ou mais, preferencialmente cinco ou mais, mais preferencialmente seis ou mais, ou mesmo sete ou mais componentes de perfume diferentes.

10 Em misturas de perfume, preferencialmente 15 a 25% em peso são notas superiores. As notas superiores são definidas por Poucher (Journal of the Society of Cosmetic Chemists 6(2):80 [1955]).

Notas superiores preferidas são selecionadas de: óleo cítricos, linalol, acetato de linalil, lavanda, di-hidromircenol, óxido de rosa e cis-3-hexanol.

15 É preferido que as partículas detergentes revestidas não contenham um alvejante de peroxigênio, por exemplo, percarbonato de sódio, perborato de sódio e perácido.

Polímeros

20 A composição pode compreender um ou mais polímeros. Exemplos são carboximetilcelulose, poli (etileno glicol), poli (vinil álcool), iminas de polietileno, iminas de polietileno etoxilados, policarboxilatos de polímeros de poliéster solúveis em água, copolímeros de ácido maleico/acrílico e copolímeros de lauril metacrilato/ácido acrílico.

Enzimas

25 Uma ou mais enzimas estão preferencialmente presentes na composição.

Preferencialmente, o nível de cada enzima é de 0,0001% em peso a 0,5% em peso de proteína.

30 As enzimas especialmente contempladas incluem proteases, alfa-amilases, celulasas, lipases, peroxidases/oxidases, pectato liases e mananases ou suas misturas.

As lipases adequadas incluem aquelas de origem bacteriana ou fúngica. Os mutantes de engenharia de proteína ou quimicamente modificados são incluídos. Exemplos de lipases úteis incluem lipases de *Humicola* (sinônimo *Termomycélios*), por exemplo, de *H. lanuginosa* (*T. lanuginosus*)
 5 conforme descrito nos documentos EP 258 068 e EP 305 216 ou de *H. insolens* conforme descrito no documento WO 96/13580, uma lipase *Pseudomonas*, por exemplo, de *P. alcaligenes* ou *P. pseudoalcaligenes* (EP 218 272), *P. cepacia* (EP 331 376), *P. stutzeri* (GB 1,372,034), *P. fluorescens*, *Pseudomonas* sp. cepa SD 705 (WO 95/06720 e WO 96/27002), *P. wisconsinensis* (WO
 10 96/12012), um *Bacillus* lipase, por exemplo, de *B. subtilis* (Dartois *et al.* (1993), *Biochemica et Biophysica Acta*, 1 131, 253-360), *B. stearothermophilus* (JP 64/744992) ou *B. pumilus* (WO 91/16422).

Outros exemplos são variantes de lipase, tais como, aquelas descritas nos documentos WO 92/05249, WO 94/01541, EP 407 225, EP 260
 15 105, 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 WO09/111258.

As enzimas de lipase preferidas incluem Lipolase™ e Lipolase Ultra™, Lipex™ (Novozymes A/S) e Lipoclean™.

20 O método da presente invenção pode ser realizado na presença de fosfolipase classificada como EC 3.1.1.4 e/ou EC 3.1.1.32. Conforme usado aqui, o termo fosfolipase é uma enzima que tem atividade para fosfolipídios.

Os fosfolipídios, tais como, lecitina ou fosfatidilcolina, consiste em glicerol esterificado com dois ácidos graxos em um externo (sn-1) e as
 25 posições (sn-2) médias e esterificadas com ácido fosfórico na terceira posição; o ácido fosfórico, por sua vez, pode ser esterificado a um amino-álcool. As fosfolipases são enzimas que participam na hidrólise dos fosfolipídios. Diversos tipos de atividade de fosfolipase podem ser distinguidos, incluindo fosfolipases A1 e A2 que hidrolisam um grupo acila graxa (na posição sn-1 e sn-2,
 30 respectivamente) para formar lisofosfolipídio; e lisofosfolipase (ou fosfolipase B) que podem hidrolisar o grupo acila graxa restante. A fosfolipase C e a

fosfolipase D (fosfodiesterases) liberam o diacil glicerol ou ácido fosfatídico, respectivamente.

As proteases adequadas incluem aquelas de origem animal, vegetal ou microbiana. A origem microbiana é preferida. Os mutantes de engenharia de proteína e quimicamente modificados são incluídos. A protease pode ser uma serina protease ou uma metalo protease, preferencialmente uma protease microbiana alcalina ou um processo tipo tripsina. As enzimas protease adequadas incluem Alcalase™, Savinase™, Primase™, Duralase™, Dyrzym™, Esperase™, Everlase™, Polarzyme™ e Kannase™, (Novozymes A/S), Maxatase™, Maxacal™, Maxapem™, Properase™, Purafect™, Purafect OxP™, FN2™ e FN3™ (Genencor International Inc.).

O método da presente invenção pode ser realizado na presença de cutinase, classificado em EC 3.1.1.74. A cutinase usada de acordo com a presente invenção pode ser de qualquer origem. Preferencialmente, as cutinases são de origem microbiana, em particular de origem bacteriana, fúngica ou de levedura.

As amilases adequadas (alfa e/ou beta) incluem aquelas de origem bacteriana ou fúngica. Os mutantes de engenharia de proteína ou quimicamente modificados são incluídos. As amilases incluem, por exemplo, alfa-amilases obtidas de *Bacillus*, por exemplo, uma cepa especial de *B. licheniformis*, descrita em mais detalhes no documento GB 1.296.839, ou a cepa *Bacillus sp.* descritas no documento WO 95/026397 ou WO 00/060060. As amilases adequadas são Duramyl™, Termamyl™, Termamyl Ultra™, Natalase™, Stainzyme™, Fungamyl™ e BAN™ (Novozymes A/S), Rapidase™ e Purastar™ (de Genencor International Inc.).

As celulasas adequadas incluem aquelas de origem bacteriana ou fúngica. Os mutantes de engenharia de proteína ou quimicamente modificados são incluídos. As celulasas adequadas incluem celulasas dos gêneros *Bacillus*, *Pseudomonas*, *Humicola*, *Fusarium*, *Thielavia*, *Acremonium*, por exemplo, as celulasas fúngicas produzidas de *Humicola insolens*, *Thielavia terrestris*, *Myceliophthora thermophila* e *Fusarium oxysporum* descritas 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).

5 As peroxidases/oxidases adequadas incluem aquelas de origem vegetal, bacteriana ou fúngica. Os mutantes de engenharia de proteína ou quimicamente modificados são incluídos. Exemplos de peroxidases úteis incluem peroxidases de *Coprinus*, por exemplo, de *C. cinereus* e suas variantes conforme aquelas descritas nos documentos WO 93/24618, WO 95/10602 e
10 WO 98/15257. As peroxidases incluem Guardzyme™ e Novozym™ 51004 (Novozymes A/S).

Outras enzimas adequadas são descritas nos documentos WO2009/087524, WO2009/090576, WO2009/148983 e WO2008/007318.

Estabilizadores de Enzima

15 Qualquer enzima presente na composição pode ser estabilizada usando agentes de estabilização convencionais, por exemplo, um poliol, tal como, propileno glicol ou glicerol, um açúcar ou álcool de açúcar, ácido láctico, ácido bórico, ou um derivado de ácido bórico, por exemplo, um éster de borato aromático ou um derivado de ácido fenil borônico, tal como, ácido 4-formilfenil
20 borônico e a composição pode ser formulada conforme descrito, por exemplo, nos documentos WO 92/19709 e WO 92/19708.

Os sequestrantes podem estar presentes nas partículas detergentes.

25 A presente invenção será ainda descrita com referência aos exemplos não limitantes a seguir.

EXEMPLOS

No exemplo 1, as partículas detergentes largas revestidas são fabricadas, seguindo o processo no documento PCT/EP2010/055256.

EXEMPLO 1 – Preparação das partículas revestidas

30 As matérias primas do tensoativo foram misturas para dar 67% em peso de pasta ativa compreendendo 85 partes de LAS (alquil benzeno

sulfonato linear), 15 partes de Tensoativo Não iônico. As matérias primas usadas foram:

LAS: Unger Ufasan 65

Não iônico: BASF Lutensol AO30

- 5 A pasta foi pré-aquecida para a temperatura de alimentação e alimentadas no topo de um evaporador de filme líquido para reduzir o teor de umidade e produzir uma mistura de tensoativo íntimo sólido, que passou no teste de tolerância ao cálcio. As condições usadas para produzir essa mistura de LAS/NI são dadas na Tabela 1.

10

Tabela 1

	Temperatura do vaso Jacket	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%

*analisado pelo método Karl Fischer

Na saída da base no evaporador de filme líquido, a mistura de tensoativo seco caiu sobre um rolo frio, onde foi resfriada a menos de 30°C.

- 15 Após deixar o rolo frio, as partículas da mistura de tensoativo seco resfriado foram moídas usando um moinho de martelo, 2% de Alusil® também foram adicionados ao moinho de martelo como um auxílio de moinho. O material moído resultante é higroscópico e assim foi armazenado em recipientes vedados.

- 20 A composição moída seca resfriada foi alimentada em uma extrusora de co-rotação de dupla rosca ajustada, com uma placa em forma de orifício e lâmina de corte. Vários outros componentes também foram dosados na extrusora como mostrado na Tabela 2.

Tabela 2

	Exemplo 1
Extrusora	Parte (particular final = 100)
Mistura LAS/NI	64,3
SCMC	1,0
Perfume	0,75

Foi descoberto que o diâmetro médio da partícula e espessura das amostras das partículas extrudadas é 4,46 mm e 1,13 mm, respectivamente. O desvio padrão foi aceitavelmente baixo.

- 5 As partículas foram então revestidas usando um leite fluidizado Strea 1. O revestimento foi adicionado como uma solução aquosa e revestimento completado em condições dadas na Tabela 3. A % em peso do revestimento é com base no peso da partícula revestida.

Tabela 3

Exemplo	1
Massa Sólida [kg]	1,25
Solução de Revestimento	Carbonato de Sódio (30%)
Solução de Revestimento de Massa [kg]	0,263
Temperatura de Entrada de Ar [°C]	80
Temperatura de Saída de Ar [°C]	38
Taxa de Alimentação de Revestimento [g/min]	16
Temperatura de Alimentação de Revestimento [°C]	55

- 10 A composição das partículas revestidas é dada na Tabela 4.

Tabela 4

	Exemplo 1
Extrusora	Partes (particular final = 100)
Mistura LAS/NI	64,30
SCMC	1,0
Perfume	0,75
Leito fluidizado	
Carbonato	28,25
Menores/Umidade	5,70

As partículas extrudadas revestidas têm uma aparência excelente devido a sua alta maciez da superfície. Sem pretender estar limitado pela teoria, pensa-se que porque as partículas não revestidas são maiores e mais achatadas do que as partículas detergentes usuais e que seu núcleo tem um

5 teor de sólidos muito menores que o usual (na verdade, é livre de materiais estruturantes sólidos, diferente das partículas extrudadas revestidas da técnica anterior).

Exemplo 2

10 Foi medida a razão de BD Batido para BD Derramado para as partículas revestidas do exemplo 1 (esferas oblatas) e dois pós-detergentes convencionais. Os resultados são dados na tabela 5.

BD Derramado - A densidade a granel de toda composição detergente na forma aerada descompactada (desvirada), determinada pela

15 medição do aumento no peso devido ao derramamento da composição para encher um recipiente de 1 litro. De fato, o recipiente é sobrecarregado e então

o pó em excesso removido pelo movimento de uma borda reta sobre a borda para deixar o nível de conteúdos para a altura máxima do recipiente.

- 5 BD Batido – O recipiente BD foi ajustado com um colarinho removível para estender a altura do recipiente. Esse recipiente estendido foi então preenchido através da técnica de BD derramado. O recipiente estendido foi então colocado em uma Peneiradora Retsch e deixado vibrar/bater por 5 min usando 0,2mm/"g" definido no instrumento. O colarinho foi então removido e o pó em excesso nivelado pela medição de BD padrão, a massa do recipiente medida e o BD Batido calculado da forma usual.

Tabela 5

Partícula	BD derramado:BD batido
Esferas oblatas de tamanho grande revestidos*	1,10
Composição em pó da técnica anterior 1: marca "OMO"	1,10
Composição em pó da técnica anterior 2: marca "Ariel"	1,15

* extrudado 5 mm de diâmetro e cortado a 1 mm de espessura antes do revestimento do spray com solução de carbonato de sódio para dar uma partícula tendo um revestimento de 30% em peso de carbonato de sódio que é uma esfera oblata com lados ligeiramente achatados resultantes da extrusão.

- 10 Conforme pode ser visto na Tabela 1, as partículas revestidas mais largas da presente invenção se assentaram, em muito da mesma forma como nos pós da técnica anterior. A pequena diferença nas razões de BD Derramado para BD batido não é significativa.

Exemplo 3

- 15 Foi medido o volume de sedimentação após bater por 1 min usando a peneiradora Retsch em um ambiente de 0.2 mm/"g". Os resultados são dados na Tabela 6.

Tabela 6

<u>Amostra</u>	<u>Volume Inicial</u>	<u>Volume Final</u>
Esferas* oblatas revestidas de tamanho grande	500 ml	480 ml
Composição em pó da técnica anterior 1: marca "OMO"	500 ml	470 ml
Composição em pó da técnica anterior 2: marca "Ariel"	500 ml	445 ml

Apenas os cristais fluíram livremente para fora do cilindro de medição após essa experiência. Em contraste, ambos os pós da técnica anterior foram compactados e o cilindro precisou ser pressionado para fazê-los.

Exemplo 4

- 5 A DFR padrão (Vazão Dinâmica) é medida em ml/seg usando um tubo de vidro cilíndrico tendo um diâmetro interno de 35 mm e um comprimento de 600 mm. O tubo é fixado firmemente com seu eixo longitudinal vertical. Sua extremidade inferior é terminada por meio de um cone macio de cloreto de polivinila tendo um ângulo interno de 15 Graus e um orifício de saída inferior de
- 10 22,5 mm de diâmetro. Um sensor de feixe é posicionado 150 mm acima da saída, e um segundo feixe é posicionado 250 mm acima do primeiro sensor.

Para determinar a vazão dinâmica de uma amostra da composição detergente, o orifício de saída é temporariamente fechado, por exemplo, cobrindo com um pedaço de cartão, e a composição detergente é

15 derramada no topo do cilindro até que o nível da composição detergente seja cerca de 100 mm acima do sensor superior. A saída é então aberta e o tempo t (segundos) para o nível da composição detergente cair do sensor superior para o sensor inferior é medido eletronicamente. A DFR é o volume do tubo entre os sensores, dividido pelo tempo medido. Foi montado esse equipamento na

20 peneiradora definida em 0,2mm/"g" por 1 min. A agitação ou vibração sendo feita após enchimento do cilindro e antes da saída ser aberta. Cada amostra foi dada um "estímulo" após vibração para iniciar o fluxo uma vez que a saída foi

estreita e tendeu a bloquear com todos os pós. Se um estímulo foi insuficiente para iniciar o fluxo, então a vazão zero foi gravada. Os resultados são dados na Tabela 7.

Tabela 7

Amostra	DFR Derramada ml/s	DFR Batida ml/s
Esferas oblatas revestidas* de tamanho grande	98	99
Composição em pó da técnica anterior 1: marca "OMO"	114	0
Composição em pó da técnica anterior 2: marca "Ariel"	51	0

- 5 Pode ser vista da tabela 7 que os cristais têm retenção muito melhorada de suas propriedades de fluxo nessas condições - manteve-se a determinar se essa melhor retenção do fluxo dos cristais foi devido a seu tamanho maior, sua forma não esférica ou seu revestimento (sendo assumido que os pós esféricos não foram revestidos).

Exemplo 5

Tabela 8

	DFR Derramada ml/s	DFR Batida ml/s
Grânulo revestido da técnica anterior (pequena esfera de ~500 ml e revestida)	160	152
Esferas oblatas não revestidas de tamanho grande	134	124

- 10 A DFR dos cristais não revestidos foi pior que as menores partículas revestidas esféricas em ambos os testes (pressionado e não pressionado). Os cristais não revestidos fluem, entretanto, muito melhor do que os pós não revestidos da técnica anterior. Assim, é possível usar uma pequena

proporção de cristais não revestidos na composição, dizer até 30% das partículas totais, preferencialmente até 15% em número.

Surpreendentemente, da tabela 8, os cristais revestidos, apesar de sua aparência superior dos cristais não revestidos têm uma DFR inferior, então aquelas não revestidas, por isso o revestimento é aparência melhorada, mas não flui. Entretanto, os cristais revestidos têm uma DFR muito consistente como visto na tabela 3 (de fato, eles parecem fluir da mesma maneira com segurança não importando qual a sua história).

Breve Descrição das Figuras

Várias realizações não limitantes da presente invenção serão agora mais particularmente descritas com referência às figuras a seguir, em que:

A figura 1 mostra um produto embalado de acordo com um aspecto da presente invenção; e

A figura 2 mostra o produto embalado da figura 1 em perspectiva.

Descrição Detalhada da Invenção

Com referência aos desenhos, um produto embalado (1) é mostrado compreendendo uma combinação de uma composição detergente particulada concentrada (5) (de acordo com aquela aqui descrita, incluindo qualquer um dos exemplos acima da presente invenção) e uma embalagem (3), a dita embalagem (3) compreendendo um dispositivo de dosagem unitária e fechamento (9). A embalagem compreende um reservatório alongado, vertical (7) para armazenar a composição. Nessa realização, a embalagem é uma garrafa (5).

A embalagem tem uma abertura de distribuição estreita (19), aproximadamente 2 a 5 cm de diâmetro, aqui aproximadamente 3 a 4 cm.

O mecanismo de fechamento evita as propriedades de fluxo, as quais são afetadas pelo ingresso de grandes quantidades de umidade, que levaria à viscosidade. O mecanismo de fechamento pode compreender um mecanismo de encaixe do parafuso para garantir o devido fechamento. Alternativamente, o mecanismo de fechamento pode compreender um

mecanismo de encaixe de pressão, preferencialmente com retorno audível para sinalizar positivamente ao consumidor que a embalagem está fechada. Devido às propriedades de partícula, um forro liso do reservatório não é essencial. Os artefatos, tais como, flanges que são requeridos pelo processo de moldagem para fechamentos plásticos não apresentam um problema importante, o qual não seria o caso para um pó detergente concentrado conhecido ou composição líquida.

A dosagem única e fechamento dispositivo é preferencialmente suficientemente rígida no material ou construção de modo que uma porção, por exemplo, uma base ou uma parede lateral, possa ser pressionada para mover as partículas dentro do dispositivo. Preferencialmente, tal batida cria um retorno audível ao usuário para guiá-los para a passagem das partículas. O produto embalado compreende uma amostra contendo uma composição detergente particulada (5).

A abertura em forma circular (19) permite o derramamento de qualquer ângulo. A garrafa (5) é de polietileno tereftalato transparente (PETE) enquanto o fechamento de dosagem é polipropileno (PP).

O mecanismo de fechamento de dosagem (9) evita que as propriedades de fluxo sejam afetadas pelo ingresso de grandes quantidades de umidade, as quais levariam à viscosidade. O mecanismo de fechamento compreende um mecanismo de encaixe de parafuso ou um mecanismo de encaixe de pressão. Ele compreende um retorno audível para sinalizar positivamente ao consumidor que a embalagem está fechada.

A embalagem, incluindo o dispositivo de fechamento de dosagem, é transparente, provendo retorno positivo ao consumidor dos benefícios descritos acima. Na medida em que a embalagem é considerada, "transparente" significa que sua transmitância de luz é mais de 25% no comprimento de onda de cerca de 410 a 800 nm. A camada transparente da embalagem de acordo com a presente invenção preferencialmente tem uma transmitância de mais de 25%, mais preferencialmente mais de 30%, mais

preferencialmente mais de 40%, mais preferencialmente mais de 50% na parte visível do espectro (aprox. 410 a 800 nm).

Alternativamente, a absorbância da camada transparente pode ser medida como menos de 0,6 (aproximadamente equivalente a 25% de transmitância) ou tendo transmitância maior que 25% em que a % de transmitância se iguala a:

$$\frac{1}{10^{\text{absorbância}}} \times 100\%$$

Por outro lado, a absorbância da camada opaca pode ser medida como mais de 0,6. Para as finalidades da presente invenção, contanto que um comprimento de onda na faixa de luz visível tenha mais que 25% de transmitância, o recipiente é considerado transparente.

Todas as porcentagens, salvo indicação contrária, pretendem ser porcentagens em peso.

Os materiais adequados para a embalagem incluem, entre outros: polipropileno (PP), polietileno (PE), policarbonato (PC), poliamidas (PA) e/ou polietileno tereftalato (PETE), cloreto de polivinila (PVC); e poliestireno (PS). O recipiente pode ser formado por extrusão, moldagem, por exemplo, moldagem por sopro de um pré-forma ou por termoformação ou por moldagem por injeção.

Alternativamente, a absorbância da garrafa pode ser medida como menos de 0,6 (aproximadamente equivalente a 25% de transmitância) ou tendo a transmitância mais de 25% em que a % de transmitância se iguala a: $10^{\text{absorbância}} \times 100\%$ e os níveis de absorbância correspondente para os níveis preferidos restantes acima.

Os materiais adequados para a embalagem e sua dosagem/membro de fechamento também incluem, entre outros: polipropileno (PP), polietileno (PE), policarbonato (PC), poliamidas (PA) e/ou polietileno tereftalato (PETE), cloreto de polivinila (PVC); e poliestireno (PS). O recipiente

pode ser formado por extrusão, moldagem, por exemplo, moldagem por sopro de uma pré-forma ou por termoformação ou por moldagem por injeção.

Com certeza, entende-se que a presente invenção não pretende ser restrita aos detalhes da realização acima, os quais são descritos a título de exemplo apenas.

5

Reivindicações

1. Produto embalado (1) compreendendo uma combinação de uma composição detergente particulada concentrada (5) e uma embalagem (3), sendo que a dita embalagem (3) compreende um dispositivo de dosagem unitária e fechamento (9), compreendendo uma abertura de dispensação estreita (19) e compreendendo pelo menos uma porção transparente, **caracterizado** por pelo menos 70% do número de partículas da composição compreende um núcleo altamente tensoativo e um revestimento rígido e a partícula apresenta dimensões perpendiculares x, y e z, em que x vai de 0,2 a 2 mm, y vai de 2,5 a 8 mm e z vai de 2,5 a 8 mm, e em que a abertura de dispensação estreita tem de 2 a 5 cm de diâmetro.

Figura 1

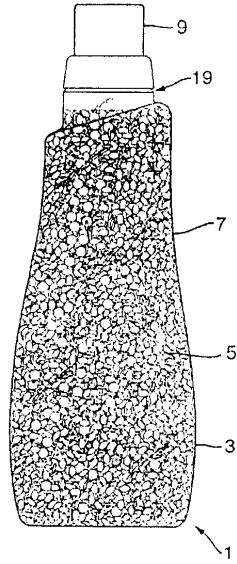


Figura 2

