



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

(21) **PI0615177-9 A2**



(22) Data de Depósito: 17/08/2006  
(43) Data da Publicação: 03/05/2011  
(RPI 2104)

(51) *Int.Cl.:*  
C11D 17/06  
C11D 1/02  
C11D 3/02  
C11D 3/10  
C11D 11/02

(54) Título: **COMPOSIÇÃO DETERGENTE SÓLIDA PARA LAVAGEM DE ROUPAS COMPREENDENDO TENSOATIVO DETERSIVO ANIÔNICO E UM MATERIAL VEÍCULO ALTAMENTE POROSO**

(30) Prioridade Unionista: 19/08/2005 EP 05 018030.6

(73) Titular(es): THE PROCTER & GAMBLE COMPANY

(72) Inventor(es): JOHN PETER ERIC MULLER, LOURDES MARINA RAMIREZ HERNANDEZ, NIGEL PATRICK SOMERVILLE ROBERTS

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

(86) Pedido Internacional: PCT IB2006052853 de 17/08/2006

(87) Publicação Internacional: WO 2007/020606 de 22/02/2007

(57) Resumo: COMPOSIÇÃO DETERGENTE SÓLIDA PARA LAVAGEM DE ROUPAS COMPREENDENDO TENSOATIVO DETERSIVO ANIÔNICO E UM MATERIAL VEÍCULO ALTAMENTE POROSO. A presente invenção refere-se a uma composição detergente sólida para lavagem de roupas sob a forma de um particulado, a qual compreende: (a) tensoativo detergente aniônico, (b) um material veículo sólido tendo: (i) um volume total dos poros maior que 0,3 mL/g, (ii) um diâmetro médio dos poros maior que 3 micrômetros, e (iii) uma área superficial menor que 1,0 m<sup>2</sup>/g, (c) de 0% a menos que 5%, em peso da composição, de builder à base de zeólito, (d) de 0% a menos que 5%, em peso da composição, de builder à base de fosfato, e (e) opcionalmente, de 0% a menos que 5%, em peso da composição, de sal de silicato, em que ao menos parte do tensoativo detergente aniônico e ao menos parte do material veículo sólido estão sob a forma de uma mistura co-particulada.

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para "**COMPOSIÇÃO DETERGENTE SÓLIDA PARA LAVAGEM DE ROUPAS COMPREENDENDO TENSOATIVO DETERSIVO ANIÔNICO E UM MATERIAL VEÍCULO ALTAMENTE POROSO**".

5 CAMPO DA INVENÇÃO

A presente invenção refere-se a composições detergentes sólidas para lavagem de roupas compreendendo tensoativo deterativo aniônico e um material veículo altamente poroso. As composições da presente invenção apresentam bom desempenho de limpeza, bons perfis de dispensação e dissolução, e boas características físicas.

10

ANTECEDENTES DA INVENÇÃO

Ocorreram tentativas relativamente recentes, por parte de vários fabricantes de detergente, no sentido de otimizar significativamente o desempenho de dissolução e dispensação de seus detergentes granulados para lavagem de roupas. A abordagem de vários fabricantes de detergente teve como foco a redução significativa ou mesmo a completa remoção dos níveis de builder insolúvel em água, como builder à base de zeólito, de suas formulações de detergente granulado para lavagem de roupas. No entanto, devido à legislação referente ao evitamento do uso de fosfato em diversos países, que impedem os fabricantes de detergente de incorporar a seus detergentes granulados para lavagem de roupas uma quantidade suficiente de builders à base de fosfato solúveis em água, como tripolifosfato de sódio, e devido à falta de alternativas exequíveis de builders não-baseados em fosfato solúveis em água disponíveis aos ditos fabricantes de detergente, a abordagem de vários fabricantes de detergente teve como foco não a completa substituição do sistema de builder à base de zeólito por um sistema de builder solúvel em água com grau equivalente de capacidade de builder, mas sim a formulação de uma composição detergente granular para lavagem de roupas com menor quantidade de builder.

20

25

30

Embora essa abordagem de menor quantidade de builder otimize significativamente o desempenho de dissolução e dispensação do detergente granulado para lavagem de roupas, de fato existem problemas devi-

dos à quantidade significativa de cátions, como cálcio, que não são removidos do líquido de lavagem pelo sistema de builder da composição detergente granular para lavagem de roupas durante o processo de lavanderia. Esses cátions interferem com o sistema tensoativo detergente aniônico da composição detergente granular para lavagem de roupas, de maneira a fazer com que o tensoativo detergente aniônico separe-se por precipitação da solução, o que leva a uma redução tanto da atividade do tensoativo detergente aniônico como do desempenho de limpeza. Em casos extremos, esses complexos insolúveis em água podem depositar-se sobre o tecido, resultando em manutenção insatisfatória da brancura e benefícios insatisfatórios de integridade de tecidos. Isto é, especialmente problemático quando o detergente para lavagem de roupas é usado em condições de lavagem com água dura, em que há uma alta concentração de cátions de cálcio.

Um outro problema que precisa ser superado quando o nível de builders insolúveis em água, como zeólito, são significativamente reduzidos na composição, ou quando o zeólito é completamente removido da formulação, consiste nas características físicas insatisfatórias da composição, especialmente após o armazenamento, o que resulta em uma resistência insatisfatória do aglomerado.

Os inventores descobriram que o desempenho de limpeza e as características físicas das composições detergentes com menor quantidade de builder são otimizadas mediante o uso de um tensoativo detergente aniônico em combinação com um material veículo altamente poroso.

US 5.552.078, de Carr et al, Church & Dwight Co. Inc., refere-se a uma composição detergente em pó para lavagem de roupas, compreendendo um tensoativo ativo. Alega-se que as composições apresentadas em US 5.552.078 exibem limpeza e branqueamento excelentes de tecidos, ao mesmo tempo em que evitam o problema da eutrofização que ocorre quanto uma quantidade substancial de builder à base de fosfato está presente na composição, e ao mesmo tempo em que minimizam o problema de incrustação do tecido, freqüentemente presente quando a composição contém uma grande quantidade de builder à base de carbonato.

US 6.274.545 B1, de Mazzola, Church & Dwight Co. Inc., refere-se a uma formulação de detergente para lavagem de roupas contendo altos níveis de carbonato e baixos níveis de fosfato que pode, supostamente, ser utilizada na lavagem de tecidos em água fria, com uma porção restante minimizada de resíduos de detergente não dissolvido no líquido de lavagem. A  
5 composição detergente apresentada em US 6.274.545 B1 compreende uma mistura de tensoativos aniônicos/não-iônicos, que é um tensoativo à base de álcool etoxilado parcialmente sulfatado e neutralizado, e um ingrediente à base de polietileno glicol, o qual supostamente aumenta a solubilidade dos  
10 sólidos do detergente para lavagem de roupas no líquido de lavagem.

WO97/43366, de Askew et al, The Procter & Gamble Company, refere-se a uma composição detergente que compreende um sistema de efervescência. WO97/43366 exemplifica uma composição detergente com  
builder de carbonato e isenta de alvejante.

15 WO00/18873, de Hartshorn et al, The Procter & Gamble Company, refere-se a composições detergentes tendo desempenho de dispensação supostamente bom e que, supostamente, não deixam resíduos sobre o tecido após o processo de lavanderia.

WO00/18859, de Hartshorn et al, The Procter & Gamble Company, refere-se a composições detergentes tendo, supostamente, uma liberação otimizada de ingredientes no líquido de lavagem durante o processo  
20 de lavanderia. As composições apresentadas em WO00/18859 supostamente não se transformam prontamente em gel ao entrar em contato com a água e, supostamente, não deixam resíduos insolúveis em água sobre as  
25 roupas após o processo de lavanderia. As composições apresentadas em WO00/18859 compreendem um sistema de builder predominantemente solúvel em água, o qual é intimamente misturado a um sistema tensoativo.

WO02/053691, de Van der Hoeven et al, Hindustain Lever Limited, refere-se a uma composição detergente para lavagem de roupas com-  
30 prendendo mais que 10%, em peso, de um tensoativo tolerante ao cálcio, de 0,1% a 10%, em peso, de um sistema de builder forte selecionado de builders à base de fosfato e/ou builders à base de zeólito, e menos que

35%, em peso, de sais inorgânicos solúveis em água não-funcionais e não-alcalinos.

Nenhum desses documentos de técnica anterior refere-se a composições detergentes sólidas para lavagem de roupas, com menor  
5 quantidade de builder, que compreendam uma combinação de um tensoativo deterativo aniônico e um material veículo altamente poroso.

### SUMÁRIO DA INVENÇÃO

Em uma primeira modalidade, a presente invenção apresenta uma composição detergente sólida para lavagem de roupas sob a forma de  
10 um particulado, sendo que a dita composição compreende: (a) tensoativo deterativo aniônico, (b) um material veículo sólido tendo: (i) um volume total dos poros maior que 0,3 mL/g, (ii) um diâmetro médio dos poros maior que 3 micrômetros, e (iii) uma área superficial menor que 1,0 m<sup>2</sup>/g, (c) de 0% a menos que 5%, em peso da composição, de builder à base de zeólito, (d) de  
15 0% a menos que 5%, em peso da composição, de builder à base de fosfato, e (e) opcionalmente, de 0% a menos que 5%, em peso da composição, de sal de silicato, sendo que ao menos parte do tensoativo deterativo aniônico e ao menos parte do material veículo sólido estão sob a forma de uma mistura co-particulada.

20 Em uma segunda modalidade, a presente invenção apresenta um processo para preparo da composição acima descrita, sendo que o dito processo compreende as etapas de: (a) colocar um material de partida em contato com água para formar uma mistura aquosa, (b) secar a mistura aquosa a uma temperatura de entrada de pelo menos 300°C, ou pelo menos  
25 400°C, ou pelo menos 500°C, ou pelo menos 600°C, durante um período de tempo menor que 30 segundos, ou menor que 20 segundos, ou menor que 10 segundos, para formar o material veículo sólido, (c) colocar o material veículo sólido em contato com um tensoativo deterativo aniônico para formar uma mistura co-particulada, e (d) opcionalmente, colocar a mistura co-particulada em contato com um ou mais ingredientes auxiliares para formar  
30 uma composição detergente sólida para lavagem de roupas.

### DESCRIÇÃO DETALHADA DA INVENÇÃO

### Composição detergente sólida para lavagem de roupas

A composição compreende tensoativo detergente aniônico, um material veículo sólido, de 0% a menos que 5%, em peso da composição, de builder à base de zeólito, de 0% a menos que 5%, em peso da composição, de builder à base de fosfato e, opcionalmente, de 0% a menos que 5%, em peso da composição, de sal de silicato. A composição pode compreender outros compostos auxiliares.

A composição está sob a forma de um particulado, como um aglomerado, um pó seco por atomização, um extrudado, um floco, uma agulha, um espaguete, uma conta, ou qualquer combinação desses itens. A composição pode estar sob a forma de um particulado compactado, como sob a forma de um tablete. A composição pode estar sob alguma outra forma de dose unitária, como sob a forma de uma bolsa, tipicamente estando ao menos parcialmente e, de preferência, essencial e completamente encerrada, em uma película solúvel em água como álcool polivinílico. De preferência, a composição está sob a forma de um particulado de fluxo livre, o que tipicamente significa que a composição está sob a forma de partículas discretas separadas. A composição pode ser produzida por meio de qualquer método adequado, inclusive aglomeração, secagem por atomização, extrusão, misturação, misturação a seco, aspersão de líquido, compactação por cilindro, esferonização, tabletagem ou qualquer combinação desses itens.

A composição tem, tipicamente, uma densidade aparente de 450 g/L a 1.000 g/L, sendo que as composições detergentes com baixa densidade aparente preferenciais têm uma densidade aparente de 550 g/L a 650 g/L, e composições detergentes com alta densidade aparente preferenciais têm uma densidade aparente de 750 g/L a 900 g/L.

Durante o processo de lavanderia, a composição é tipicamente colocada em contato com água, para formar um líquido de lavagem com um pH de acima de 7 a abaixo de 13, de preferência de acima de 7 a abaixo de 10,5. Esse é o pH ótimo para proporcionar boas características de limpeza, ao mesmo tempo em que assegura um bom perfil de tratamento de tecidos.

Ao menos parte e, de preferência, essencialmente a totalidade do tensoativo deterativo aniônico e ao menos a parte e, de preferência, essencialmente a totalidade do material veículo sólido estão presentes na composição sob a forma de uma mistura co-particulada. O termo "mistura co-particulada" significa, tipicamente, que ao menos a parte e, de preferência, a totalidade do tensoativo deterativo aniônico e ao menos parte e, de preferência, a totalidade do material veículo sólido estão presentes na composição na mesma partícula. A mistura co-particulada pode estar sob a forma de um aglomerado, um pó seco por atomização, um extrudado, um floco, uma agulha, um espagete ou uma conta. De preferência, a mistura co-particulada está sob a forma de um aglomerado e, nesse caso, de preferência compreende de 10% a 70%, ou de 15%, ou de 20%, ou de 25%, ou de 30%, ou de 35%, ou de 40% e até 60%, ou até 50%, em peso da dita mistura co-particulada, de um tensoativo deterativo aniônico e, de preferência, compreende de 20% a 70%, ou de 30%, ou de 40%, ou de 50% e, de preferência, até 60%, em peso da dita mistura co-particulada, de material veículo sólido. No entanto, a mistura co-particulada pode estar sob uma forma seca por atomização e, nesse caso, de preferência compreende de 5% a 50%, ou de 6%, ou de 7%, ou de 8%, ou de 9%, ou de 10% e até 40%, ou até 30%, ou até 20%, em peso da dita mistura co-particulada, de tensoativo deterativo aniônico e, de preferência, compreende de 10% a 80%, ou de 15%, ou de 20%, ou de 25%, ou de 30% e até 70%, ou até 60%, ou até 50%, ou até 40%, em peso da dita mistura co-particulada, de material veículo sólido.

A mistura co-particulada que compreende tensoativo deterativo aniônico e material veículo sólido tem, tipicamente, uma distribuição de tamanho de partícula tal que o tamanho médio ponderado da partícula da dita mistura co-particulada situa-se, de preferência, na faixa de 100 micrômetros a 1.000 micrômetros, de preferência de 250 micrômetros, ou de 500 micrômetros e, de preferência, até 800 micrômetros, e de preferência não mais que 10% em peso, de preferência não mais que 5%, em peso, da mistura co-particulada tem um tamanho de partícula menor que 150 micrômetros e, de preferência, não mais que 10%, de preferência não mais que 5%, em

peso, da mistura co-particulada tem um tamanho de partícula maior que 1.180 micrômetros.

A composição tem, tipicamente, uma umidade relativa de equilíbrio de 0% a menos que 30%, de preferência de 0% a 20%, quando medida a uma temperatura de 35°C. Tipicamente, a umidade relativa de equilíbrio é determinada conforme exposto a seguir: 300 g de composição são colocados em recipiente de 1 litro, feito de um material impermeável à água e equipado com uma tampa capaz de vedar o dito recipiente. A tampa é dotada de um orifício passível de vedação, adaptado para permitir a inserção de uma ponta de prova no interior do recipiente. O recipiente e seu conteúdo são mantidos a uma temperatura de 35°C durante 24 horas, para permitir que a temperatura se equilibre. Um higrômetro de estado sólido (Hygrotest 6100, disponível comercialmente junto à Testoterm Ltd, Hapshire, Reino Unido) é usado para medir a pressão do vapor d'água. Isto é feito mediante a inserção da ponta de prova no interior do recipiente, através do orifício passível de vedação presente na tampa do recipiente, seguida de medição da pressão do vapor d'água no espaço livre. Essas medições são feitas a intervalos de 10 minutos, até que a pressão do vapor d'água tenha se equilibrado. A ponta de prova, então, automaticamente converte a leitura da pressão do vapor d'água em um valor de umidade relativa de equilíbrio.

De preferência a composição, mediante o contato com a água a uma concentração de 9,2 g/l e a uma temperatura de 20°C, forma um líquido de lavagem transparente que tem: (i) uma turbidez inferior a 500 unidades nefelométricas de turbidez, e (ii) um pH na faixa de 8 a 12. De preferência, o líquido de lavagem resultante tem uma turbidez inferior a 400, ou inferior a 300, ou de 10 a 300 unidades nefelométricas de turbidez. A turbidez do líquido de lavagem é tipicamente medida por meio de um turbidímetro microprocessado H1 93703. Um método típico para medir a turbidez do líquido de lavagem é conforme exposto a seguir: 9,2 g de composição são adicionados a 1 litro de água em um béquer, para formar uma solução. A solução é agitada durante 5 minutos a 600 rpm a 20°C. A turbidez da solução é, então, medida por meio de um turbidímetro microprocessado H1 93703, seguindo-

se as instruções do fabricante.

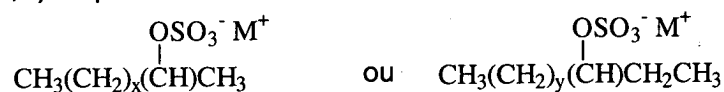
Tensoativo detergente aniônico

A composição detergente compreende um tensoativo detergente aniônico. De preferência, a composição compreende de 5% a 25%, em peso da composição, de tensoativo detergente aniônico. De preferência, a composição compreende de 6% a 20%, ou de 7% a 18%, ou de 8% a 15%, ou de 8% a 11%, ou mesmo de 9% a 10%, em peso da composição, de tensoativo detergente aniônico.

O tensoativo detergente aniônico é, de preferência, selecionado do grupo consistindo em: sulfatos de alquila C<sub>8-18</sub> linear ou ramificada, substituída ou não substituída, sulfonatos de alquil benzeno linear C<sub>8-18</sub> linear ou ramificado, substituído ou não substituído, sulfatos alcoxilados de alquila C<sub>8-18</sub> linear ou ramificada, substituída ou não substituída com um grau médio de alcoxilação de 1 a 20, carboxilatos de alquila C<sub>12-18</sub> linear ou ramificada, substituída ou não substituída e misturas dos mesmos. O tensoativo detergente aniônico pode ser um sulfato de alquila, um sulfonato de alquila, um fosfato de alquila, um fosfonato de alquila, um carboxilato de alquila ou qualquer mistura desses materiais. O tensoativo aniônico pode ser selecionado do grupo formado por: sulfonatos de alquil benzeno (LAS) C<sub>10</sub>-C<sub>18</sub>, de preferência sulfonatos de alquil benzeno C<sub>10</sub>-C<sub>13</sub> lineares, sulfatos de alquila (AS) C<sub>10</sub>-C<sub>20</sub> de cadeia primária ramificada, de cadeia linear e de cadeia aleatória, sendo preferenciais os sulfatos de alquila lineares, tipicamente com a seguinte fórmula:



em que M é hidrogênio ou um cátion que proporciona neutralidade de carga, sendo que os cátions preferenciais incluem aqueles de sódio e de amônio, em que x é um número inteiro de ao menos 7, de preferência ao menos 9, sulfatos de (2,3) alquila C<sub>10</sub>-C<sub>18</sub> secundários, com as seguintes fórmulas:



em que, M é hidrogênio ou um cátion que proporciona neutralidade de carga, sendo que os cátions preferenciais incluem os cátions de sódio e de

amônio, em que  $x$  é um número inteiro de ao menos 7, de preferência ao menos 9,  $y$  é um número inteiro de ao menos 8, de preferência ao menos 9, carboxilatos de alquilalcóxi  $C_{10}$ - $C_{18}$ , sulfatos de alquila com cadeia média ramificada, conforme descrito em detalhe em US 6.020.303 e US 6.060.443, sulfonato de alquil benzeno modificado (MLAS), conforme descrito em detalhe em WO 99/05243, WO 99/05242, WO 99/05244, WO 99/05082, WO 99/05084, WO 99/05241, WO 99/07656, WO 00/23549 e WO 00/23548, sulfonato de metil éster (MES), alfa-olefina sulfonato (AOS) e misturas desses itens.

Os tensoativos deterstivos aniônicos preferenciais são selecionados a partir do grupo consistindo em: sulfatos de alquila  $C_{12-18}$  linear ou ramificada, substituída ou não substituída, sulfonatos de alquil benzeno  $C_{10-18}$  linear ou ramificado, substituído ou não substituído, de preferência sulfonatos de alquil benzeno  $C_{10-13}$  linear, sulfatos alcoilados de alquila linear ou ramificada, substituída ou não substituída, com um grau médio de alcoilação de 1 a 20, de preferência sulfatos de alquila etoxilados  $C_{10-18}$  lineares com um grau médio de etoxilação de 3 a 7, e misturas dos mesmos. São altamente preferenciais os sulfonatos de alquil benzeno linear  $C_{10-13}$  disponíveis comercialmente. São altamente preferenciais os sulfonatos de alquil benzeno  $C_{10-13}$  lineares obtidos pela sulfonação de alquil benzenos lineares (LAB) disponíveis comercialmente, sendo que os LAB adequados incluem 2-fenil LAB inferiores, como aqueles disponíveis junto à Sasol sob o nome comercial Isochem®, ou aqueles disponíveis junto à Petresa sob o nome comercial Petrelab®, sendo que outros LAB adequados incluem 2-fenil LAB superiores, como aqueles disponíveis junto à Sasol sob o nome comercial Hyblene®.

Pode ser preferencial que o tensoativo deterstivo aniônico seja estruturalmente modificado, de modo a tornar-se mais tolerante ao cálcio e menos propenso a precipitar-se do líquido de lavagem na presença de íons de cálcio livres. Essa modificação estrutural poderia ser a introdução de uma porção metila ou etila próximo ao grupo polar do tensoativo deterstivo aniônico, já que isto pode levar à obtenção de um tensoativo deterstivo aniônico

mais tolerante ao cálcio, devido ao impedimento estérico do dito grupo polar, que pode reduzir a afinidade do tensoativo detergente aniônico por complexar-se com cátions de cálcio livres ao ponto de precipitar-se da solução. Outras modificações estruturais incluem a introdução de porções funcionais, como uma porção amina, na cadeia de alquila do tensoativo detergente aniônico, o que pode levar à obtenção de um tensoativo detergente aniônico mais tolerante ao cálcio, já que a presença de um grupo funcional na cadeia de alquila de um tensoativo detergente aniônico pode minimizar a indesejável propriedade físico-química do dito tensoativo detergente aniônico para formar uma estrutura cristalina lisa na presença de íons de cálcio livres no líquido de lavagem. Isso pode reduzir a tendência do tensoativo detergente aniônico para precipitar-se da solução.

A composição compreende, de preferência, tensoativo detergente aniônico à base de alquila alcoxilada, de preferência de 0,1% a 10%, em peso da composição, de tensoativo detergente aniônico à base de alquila alcoxilada. Esse é o nível ótimo de tensoativo detergente aniônico à base de alquila alcoxilada para proporcionar um bom desempenho de limpeza para sujeiras gordurosas, para gerar um bom perfil de formação de espuma, e para otimizar a tolerância à dureza do sistema tensoativo detergente geral. Pode ser preferencial que a composição compreenda de 3% a 5%, em peso da composição, de tensoativo detergente aniônico à base de alquila alcoxilada, ou pode ser preferencial que a composição compreenda de 1% a 3%, em peso da composição, de tensoativo detergente aniônico à base de alquila alcoxilada.

De preferência, o tensoativo detergente aniônico à base de alquila alcoxilada é um sulfato alcoxilado de alquila  $C_{12-18}$  linear ou ramificada, substituída ou não substituída com um grau médio de alcoxilação de 1 a 30, de preferência de 1 a 10. De preferência, o tensoativo detergente aniônico à base de alquila alcoxilada é um sulfato etoxilado de alquila  $C_{12-18}$  linear ou ramificada, substituída ou não substituída com um grau médio de etoxilação de 1 a 10. Com a máxima preferência, o tensoativo detergente aniônico à base de alquila alcoxilada é um sulfato etoxilado de alquila  $C_{12-18}$  linear não-

substituído com um grau médio de etoxilação de 3 a 7.

De preferência, ao menos parte ou, com mais preferência, todo o tensoativo detergente aniônico à base de alquila alcoxilada está sob a forma de um pó não-seco por atomização, como um extrudado ou aglomerado, de preferência um aglomerado. Isto é especialmente preferencial quando for desejável incorporar à composição altos níveis de tensoativo detergente aniônico à base de alquila alcoxilada.

O tensoativo detergente aniônico à base de alquila alcoxilada pode, também, aumentar a atividade do tensoativo detergente aniônico não-alcoxilado, caso esteja presente, ao torná-lo menos propenso a precipitar-se da solução na presença de cátions de cálcio livres. De preferência, a razão de peso entre o tensoativo detergente aniônico não-alcoxilado e o tensoativo detergente aniônico à base de alquila alcoxilada é menor que 5:1, ou menor que 3:1, ou menor que 1,7:1, ou mesmo menor que 1,5:1. Essa razão resulta em um desempenho otimizado na manutenção da brancura, combinado a um bom perfil de tolerância a dureza e um bom perfil de formação de espuma. No entanto, pode ser preferencial que a razão de peso entre o tensoativo detergente aniônico não-alcoxilado e o tensoativo detergente aniônico à base de alquila alcoxilada seja maior que 5:1, ou maior que 6:1, ou maior que 7:1, ou mesmo maior que 10:1. Essa razão resulta em excelente desempenho de limpeza para sujeiras gordurosas, combinado a um bom perfil de tolerância a dureza e um bom perfil de formação de espuma.

Os tensoativos detergentes aniônicos alcoxilados adequados são: Texapan LEST<sup>®</sup> disponível junto à Cognis, Cosmacol AES<sup>®</sup> disponível junto à Sasol, BES151<sup>®</sup> disponível junto à Stephan, Empicol ESC70/U<sup>®</sup> e misturas dos mesmos.

#### Material veículo sólido

A composição compreende um material veículo sólido. O material veículo sólido tem um volume total dos poros maior que 0,3 mL/g, de preferência maior que 0,4 mL/g, ou maior que 0,5 mL/g, ou maior que 0,6 mL/g, ou maior que 0,7 mL/g, ou maior que 0,8 mL/g, ou maior que 0,9 mL/g, ou maior que 1,0 mL/g. O volume total dos poros do material veí-

culo sólido é, tipicamente, determinada por porosimetria de mercúrio mediante o uso de uma faixa de tamanho de particulado peneirado de 250 a 300 micrômetros, sendo que somente poros menores que 30 micrômetros são considerados para a avaliação do volume total dos poros. Mais detalhes sobre a porosimetria de mercúrio podem ser encontrados em "Analytical methods of fine particle technology", de Webb, P. e Orr, C., Micromeretics Instrument Corporation, Norcross, GA, USA, ISBN 0-9656783-0-X. Somente os poros menores que 30 micrômetros são considerados para a avaliação do volume total dos poros, de modo a evitar a inclusão de porosidade interparticular indesejada nos cálculos para determinação do volume total dos poros do material veículo sólido. Podem ser usados quaisquer métodos e equipamentos adequados para porosimetria de mercúrio.

O material veículo sólido tem um diâmetro médio dos poros maior que 3 micrômetros, ou maior que 4 micrômetros, de preferência maior que 5 micrômetros, ou maior que 6 micrômetros, ou maior que 7 micrômetros, ou maior que 8 micrômetros, ou maior que 9 micrômetros, ou maior que 10 micrômetros. O diâmetro médio dos poros do material veículo sólido é, tipicamente, determinado por porosimetria de mercúrio mediante o uso de uma faixa de tamanho de particulado e peneirado de 250 a 300 micrômetros, sendo que somente poros menores que 30 micrômetros são considerados para a avaliação do diâmetro médio dos poros. Para a determinação do diâmetro médio dos poros, presume-se que os poros sejam, tipicamente, cilindros retos. Mais detalhes sobre a porosimetria de mercúrio podem ser encontrados em "Analytical methods of fine particle technology", de Webb, P. e Orr, C., Micromeretics Instrument Corporation, Norcross, GA, USA, ISBN 0-9656783-0-X. Somente os poros menores que 30 micrômetros são considerados para a avaliação do diâmetro médio dos poros, de modo a evitar a inclusão de porosidade interparticular indesejada nos cálculos para determinação do diâmetro médio dos poros do material veículo sólido. Podem ser usados quaisquer métodos e equipamentos adequados para porosimetria de mercúrio.

O material veículo sólido tem uma área superficial do grânulo

menor que  $1,0 \text{ m}^2/\text{g}$ , de preferência menor que  $0,5 \text{ m}^2/\text{g}$ , de preferência menor que  $0,4 \text{ m}^2/\text{g}$ , ou menor que  $0,3 \text{ m}^2/\text{g}$ , ou menor que  $0,2 \text{ m}^2/\text{g}$ , ou menor que  $0,10 \text{ m}^2/\text{g}$ , ou menor que  $0,05 \text{ m}^2/\text{g}$ . A área superficial do grânulo do material veículo sólido é, tipicamente, determinada mediante o uso de um

5 analisador de área superficial Gemini 2360 para micromerítica, tipicamente usando gás de hélio e de nitrogênio para calcular a área superficial de um grânulo, a qual é, tipicamente, uma área superficial BET, tipicamente uma área superficial BET multipontos. Tipicamente, para determinar a área superficial do grânulo, são coletados cinco pontos de dados, cada qual utilizando-se as seguintes razões de volume molar de gás: (i) 5:95 de nitrogênio:hélio, (ii) 10:90 de nitrogênio:hélio, (iii) 15:85 de nitrogênio:hélio, (iv) 20:80 de nitrogênio:hélio, e (v) 30:70 de nitrogênio:hélio. Um método adequado para a avaliação da área superficial do grânulo a partir desses dados pode ser encontrado em "Analytical methods of fine particle technology", de

10 Webb, P. e Orr, C., Micromeritics Instrument Corporation, de Norcross, GA, USA, ISBN 0-9656783-0-X.

O material veículo sólido é, tipicamente, solúvel em água. O termo "solúvel em água" significa, tipicamente, que o material veículo sólido tem uma solubilidade de pelo menos 50%, de preferência pelo menos 75%,

20 ou mesmo pelo menos 95%, conforme medido por meio do seguinte método de solubilidade em água: 50 gramas do material veículo sólido são dosados em um béquer de 400 mL pré-pesado, e 245 mL de água destilada são, então, dosados no dito béquer. A água e o material veículo sólido presentes no béquer são agitados vigorosamente em um agitador magnético ajustado para

25 600 rpm, durante 30 minutos. Então, a mistura resultante é filtrada através de um filtro de vidro sinterizado qualitativo dobrado com um tamanho de poro de 20 micrômetros. A água é seca do filtrado coletado por qualquer método convencional, sendo determinado o peso do material veículo sólido remanescente. Então, a porcentagem de solubilidade é calculada mediante

30 a determinação da porcentagem, em peso, do material veículo sólido que se dissolve na água e não faz parte do filtrado coletado no papel filtro.

O material veículo sólido é, de preferência, um sal como sulfato

de sódio e/ou carbonato de sódio, de preferência um sal sob uma forma seca sob alta temperatura, tipicamente sendo submetido a uma temperatura de secagem maior que 300°C, ou maior que 400°C, ou maior que 500°C, ou sob uma forma seca por secagem rápida, de preferência carbonato de sódio e/ou sulfato de sódio sob uma forma seca sob alta temperatura ou sob uma forma seca por secagem rápida, de preferência sulfato de sódio sob uma forma seca sob alta temperatura ou sob uma forma seca por secagem rápida. A secagem sob alta temperatura e a secagem rápida são meios adequados para assegurar que o material veículo sólido seja altamente poroso e tenha o volume total dos poros, o diâmetro médio dos poros e a área superficial necessários.

#### Builder à base de zeólito

A composição compreende de 0% a menos que 5%, ou até 4%, ou até 3%, ou até 2%, ou até 1%, em peso da composição, de builder à base de zeólito. Pode até mesmo ser preferencial que a composição seja essencialmente isenta de builder à base de zeólito. O termo "essencialmente isenta de builder à base de zeólito" significa, tipicamente, que a composição não compreende qualquer quantidade deliberadamente adicionada de builder à base de zeólito. Isto é especialmente preferencial se for desejável que a composição seja altamente solúvel, para minimizar a quantidade de resíduos insolúveis em água (que podem, por exemplo, depositar-se sobre as superfícies de tecido), e também se for altamente desejável a obtenção de um líquido de lavagem transparente. Os builders à base de zeólito incluem zeólito A, zeólito X, zeólito P e zeólito MAP.

#### Builder à base de fosfato

A composição compreende de 0% a menos que 5%, ou até 4%, ou até 3%, ou até 2%, ou até 1%, em peso da composição, de builder à base de fosfato. Pode até mesmo ser preferencial que a composição seja essencialmente isenta de builder à base de fosfato. O termo "essencialmente isenta de builder à base de fosfato" significa, tipicamente, que a composição não compreende qualquer quantidade deliberadamente adicionada de builder à base de fosfato. Isto é especialmente preferencial se for desejável que

a composição tenha um perfil ambiental muito bom. Os builders à base de fosfato incluem tripolifosfato de sódio.

#### Sal de silicato

A composição opcionalmente compreende de 0% a menos que  
5 5%, ou até 4%, ou até 3%, ou até 2%, ou até 1%, em peso da composição,  
de sal de silicato. Pode até mesmo ser preferencial que a composição seja  
essencialmente isenta de sal de silicato. O termo "essencialmente isenta de  
sal de silicato" tipicamente, significa que a composição não compreende  
qualquer quantia deliberadamente adicionada de silicato. Isto é especial-  
10 mente preferencial para assegurar que a composição tenha perfis muito  
bons de dispensação e dissolução e que, mediante sua dissolução em água,  
a composição proporcione um líquido de lavagem transparente. Os sais de  
silicato incluem silicatos insolúveis em água. Os sais de silicato incluem sili-  
catos amorfos e silicatos cristalinos lamelares (por exemplo, SKS-6). Um sal  
15 de silicato preferencial é o silicato de sódio.

#### Ingredientes Auxiliares

A composição compreende, tipicamente, ingredientes auxiliares.  
Esses ingredientes auxiliares incluem: tensoativos deterativos como tensoati-  
vos deterativos não-iônicos, catiônicos, zwitteriônicos e anfotéricos, sendo  
20 tensoativos deterativos não-iônicos preferenciais os álcoois alquílicos alcoxi-  
lados C<sub>8-18</sub> com um grau médio de alcoxilação de 1 a 20, de preferência de 3  
a 10, sendo da máxima preferência os álcoois alquílicos etoxilados C<sub>12-18</sub>  
com um grau médio de alcoxilação de 3 a 10, sendo tensoativos deterativos  
catiônicos preferenciais os cloretos de mono-C<sub>6-18</sub> alquil monohidróxi etil di-  
25 metil amônio quaternário, sendo mais preferencial o cloreto de mono-C<sub>8-10</sub>  
alquil monohidróxi etil dimetil amônio quaternário, o cloreto de mono-C<sub>10-12</sub>  
alquil monohidróxi etil dimetil amônio quaternário e o cloreto de mono-C<sub>10</sub>  
alquil monohidróxi etil dimetil amônio quaternário, fonte de peroxigênio como  
sais de percarbonato e/ou sais de perborato, sendo preferencial o percarbo-  
30 nato de sódio, sendo que a fonte de peroxigênio é, de preferência, pelo me-  
nos parcialmente revestida e, de preferência, completamente revestida por  
um ingrediente de revestimento como um sal de carbonato, um sal de sulfa-

to, um sal de silicato, um borossilicato ou misturas dos mesmos, inclusive sais mistos dos mesmos, ativador de alvejamento como tetraacetil etileno diamina, ativadores de alvejamento à base de oxibenzeno sulfonato como nonanoil oxibenzeno sulfonato, ativadores de alvejamento à base de caprolactama, 5  
ativadores de alvejamento à base de imida como N-nonanoil-N-metil acetamida, perácidos pré-formados como ácido N,N-ftaloilamino-peróxicapróico, ácido nonilamido peroxiadípico ou peróxido de dibenzoíla, enzimas como amilases, carboidrases, celulasas, lacases, lipases, oxidases, peroxidases, proteases, pectato liases e mananases, sistemas de supressão 10  
de espuma como supressor de espuma à base de silicone, agentes branqueadores fluorescentes, fotobranqueador, sais de carga como sais de sulfato, de preferência sulfato de sódio, agentes amaciantes de tecidos como argila, silicone e/ou compostos de amônio quaternário, floculantes como óxido de polietileno, inibidores de transferência de corantes como polivinilpirrolidona, 15  
N-óxido de poli 4-vinil piridina e/ou copolímero de vinilpirrolidona e vinilimidazol, componentes para integridade de tecidos como celulose hidrofobicamente modificada e oligômeros produzidos pela condensação de imidazol e epiclorigrina, dispersantes de sujeira e auxiliares de anti-redeposição de sujeira como poliaminas alcoxiladas e polímeros de etilenoimina etoxilada, 20  
componentes anti-redeposição como carbóximetil celulose e poliésteres, perfumes, ácido sulfâmico ou seus sais, ácido cítrico ou seus sais, corantes como corante laranja, corante azul, corante verde, corante púrpura, corante rosa, ou qualquer mistura dos mesmos, sal de carbonato como carbonato de sódio e/ou bicarbonato de sódio, e polímeros de carboxilato como copolímeros 25  
de ácido maléico e ácido acrílico.

De preferência, a composição compreende menos que 1%, em peso, de alvejante à base de cloro e menos que 1%, em peso, de alvejante à base de bromo. De preferência, a composição é essencialmente isenta de alvejante à base de bromo e alvejante à base de cloro. O termo "essencialmente isento de algo" tipicamente significa "não compreende qualquer quantidade 30  
deliberadamente adicionada de algo".

Processo para preparo de uma composição

O processo para preparo da composição acima descrita compreende as etapas de: (a) colocar um material de partida em contato com água, para formar uma mistura aquosa, (b) secar a mistura aquosa para formar um material veículo sólido, (c) colocar o material veículo sólido em  
5 contato com um tensoativo detergente aniônico, para formar uma mistura co-particulada, e (d) opcionalmente, colocar a mistura co-particulada em contato com um ou mais ingredientes auxiliares.

Etapa (a): colocar um material de partida em contato com água para formar uma mistura aquosa

10 Durante a etapa (a), um material de partida é colocado em contato com água, para formar uma mistura aquosa. O material de partida pode ser qualquer material que forme um material veículo sólido altamente poroso com o volume total dos poros, o diâmetro médio dos poros e a área superficial necessários. Tipicamente, o material de partida é um sal, tipicamente  
15 sulfato de sódio e/ou carbonato de sódio, de preferência sulfato de sódio. De preferência, o material de partida está sob a forma de particulado fino, tipicamente com um tamanho médio ponderado da partícula de 10 micrômetros a 50 micrômetros.

De preferência, o material de partida é substancialmente dissolvido na água durante a etapa (a), sendo que o termo "substancialmente dissolvido" significa, tipicamente, que pelo menos 70%, ou pelo menos 80%, ou pelo menos 90%, ou mesmo pelo menos 95%, ou mesmo 99%, ou 100%, em peso, do material de partida é dissolvido na água durante a etapa (a) sendo que, de preferência, o material de partida é essencial e completamente  
20 dissolvido na água durante a etapa (a).

Pode ser preferencial que a mistura aquosa seja submetida a uma etapa de filtração entre as etapas (a) e (b), para remover da mistura aquosa quaisquer ingredientes não dissolvidos. A verificação de que o material de partida é altamente dissolvido, de preferência essencial e completamente  
30 dissolvido, durante a etapa (a), remove os sítios de nucleação indesejados do material de partida, o que ajuda a conferir ao material veículo sólido uma ótima morfologia de partícula.

Etapa (b): secar a mistura aquosa para formar um material veículo sólido

Durante a etapa (b), a mistura aquosa é seca para formar o material veículo sólido. A mistura aquosa é seca, tipicamente em uma zona de secagem, por exemplo, uma torre de secagem por atomização ou um leito fluidizado, entre outros, a uma temperatura do gás de entrada de pelo menos 300°C, de preferência maior que 400°C, ou maior que 500°C, ou maior que 600°C, durante um período de tempo menor que 60 segundos, ou menor que 40 segundos, ou menor que 20 segundos, ou menor que 10 segundos, para formar o material veículo sólido. O material veículo sólido é descrito acima, com mais detalhes. De preferência, a etapa (b) é uma etapa de secagem sob alta temperatura ou uma etapa de secagem rápida. O gás usado na etapa de secagem pode ser ar ou água, a qual está, tipicamente, sob a forma de vapor superaquecido.

Tipicamente, as condições de secagem encontradas durante os processos de secagem usuais para a preparação de composições detergentes para lavagem de roupas não são quentes o bastante para resultar em um material veículo sólido com a necessária característica de alta porosidade. A etapa de secagem da presente invenção é, tipicamente, realizada a temperaturas mais altas que àquelas tipicamente encontradas durante processos de secagem típicos para o preparo de composições detergentes para lavagem de roupas. Para evitar a degradação térmica indesejada dos ingredientes sendo submetidos à etapa de secagem rápida ou sob alta temperatura, o período de tempo da etapa de secagem é limitado, limitando-se o tempo médio de permanência no equipamento de secagem.

Etapa (c): colocar o material veículo sólido em contato com um tensoativo detergente aniônico para formar uma mistura co-particulada

Durante a etapa (c), o material veículo sólido é colocado em contato com um tensoativo detergente aniônico, para formar uma mistura co-particulada. A etapa (c) pode ser realizada em qualquer recipiente adequado, de preferência um misturador como um misturador de alta velocidade ou um misturador de média velocidade. Os misturadores de alto cisalhamento adequados incluem os misturadores CB Loedige, Schugi, Littleford ou Drais,

e os misturadores com escala para laboratório, como os misturadores Braun. De preferência, o misturador de alto cisalhamento é um misturador de pinos, como um misturador CB Loedige, Littleford ou Drais. Os misturadores de alto cisalhamento são tipicamente operados em alta velocidade, de preferência com uma velocidade, na ponta, de  $10 \text{ ms}^{-1}$  a  $35 \text{ ms}^{-1}$ . Os misturadores de médio cisalhamento adequados incluem misturadores plough-shear, como o Loedige KM. De preferência, o misturador de médio cisalhamento tem uma velocidade de extremidade de mais que  $0 \text{ ms}^{-1}$  a menos que  $10 \text{ ms}^{-1}$ . Opcionalmente, um aglutinante líquido, como água, pode ser colocado em contato com o material veículo sólido e o tensoativo detergente aniônico, durante a etapa (c), o que pode ajudar a controlar a taxa de aglomeração da mistura co-particulada, garantindo que esta apresente boas características físicas.

O material veículo sólido altamente poroso obtido na etapa (b) serve como excelente material veículo para o tensoativo detergente aniônico, sendo capaz de absorver e/ou adsorver adequadamente o tensoativo aniônico, e resultando em um componente co-particulado com boas características físicas, especialmente após armazenamento.

Etapa (d): colocar a mistura co-particulada em contato com um ou mais ingredientes auxiliares, para formar uma composição detergente sólida para lavagem de roupas

A etapa (d) é opcional. Durante a etapa (d), a mistura co-particulada é colocada em contato com um ou mais ingredientes auxiliares. A etapa (d) pode ser realizada em qualquer recipiente adequado, como um tambor de mistura. A etapa (d) pode, também, ser realizada em uma esteira transportadora, que tipicamente transporta os materiais para dentro de um tanque misturador para uma etapa de mistura final.

#### Exemplos

Uma solução aquosa saturada de sulfato de sódio é aquecida até uma temperatura de  $50^\circ\text{C}$ , atomizada e aspergida para dentro de uma torre de secagem por atomização de fluxo contra-corrente, com uma temperatura de entrada do gás (ar) de  $550^\circ\text{C}$ . A solução aquosa saturada de sulfa-

to de sódio é seca durante 15 segundos, para produzir uma partícula altamente porosa de sulfato de sódio.

200 g da partícula de sulfato de sódio acima descrita são misturados a 100 g de pasta aquosa de tensoativo compreendendo 70%, em peso, de tensoativo à base de sulfato etoxilado de alquila com um grau médio de etoxilação de 3, em um misturador Braun à velocidade máxima durante 20 segundos, para formar aglomerados molhados. Os aglomerados molhados são, então, secos em um leito fluidizado com temperatura de entrada do gás (ar) de 110°C, até que o pó fluidizado atinja uma temperatura em volume de 70°C, para formar aglomerados secos.

## REIVINDICAÇÕES

1. Composição detergente sólida para lavagem de roupas, sob a forma de um particulado, caracterizada pelo fato de compreender:

- 5 (a) tensoativo detergente aniônico;
- (b) um material veículo sólido tendo:
- (i) um volume total dos poros maior que 0,3 mL/g;
- (ii) um diâmetro médio dos poros maior que 3 micrômetros; e
- (iii) uma área superficial menor que 1,0 m<sup>2</sup>/g;
- 10 (c) de 0% a menos que 5%, em peso da composição, de builder à base de zeólito;
- (d) de 0% a menos que 5%, em peso da composição, de builder à base de fosfato; e
- (e) opcionalmente, de 0% a menos que 5%, em peso da composição, de sal de silicato;

15 em que ao menos parte do tensoativo detergente aniônico e ao menos parte do material veículo sólido estão sob a forma de uma mistura co-particulada.

2. Composição, de acordo com a reivindicação 1, em que o material veículo sólido apresenta:

- 20 (i) um volume total dos poros maior que 0,6 mL/g;
- (ii) um diâmetro médio dos poros maior que 6 micrômetros; e
- (iii) uma área superficial do grânulo menor que 0,2 m<sup>2</sup>/g.

3. Composição, de acordo com qualquer das reivindicações anteriores, em que o material veículo sólido é sulfato de sódio sob uma forma seca sob alta temperatura.

25 4. Processo para preparo de uma composição como definido na reivindicação 1, compreendendo as etapas de:

- (a) colocar um material de partida em contato com água para formar uma mistura aquosa; e
- (b) secar a mistura aquosa a uma temperatura do gás de entrada de pelo menos 300°C, durante um período de tempo menor que 30 20 segundos, para formar o material veículo sólido;
- (c) colocar o material veículo sólido em contato com um tensoa-

tivo detergente aniônico para formar uma mistura co-particulada; e

(d) opcionalmente, colocar a mistura co-particulada em contato com um ou mais ingredientes auxiliares.

5           5. Processo, de acordo com a reivindicação 4, em que o material de partida na etapa (a) está sob a forma de particulado fino, com um tamanho médio ponderado da partícula de 10 micrômetros a 50 micrômetros.

6. Processo, de acordo com qualquer das reivindicações 4 ou 5, em que, na etapa (a), o material de partida é essencial e completamente dissolvido na água.

10           7. Processo, de acordo com qualquer das reivindicações de 4 a 7, caracterizado pelo fato de que o material veículo sólido obtido na etapa (b) apresenta:

(i) um volume total dos poros maior que 0,6 mL/g;

(ii) um diâmetro médio dos poros maior que 6 micrômetros; e

15           (iii) uma área superficial do grânulo menor que 0,2 m<sup>2</sup>/g.

8. Composição detergente sólida para lavagem de roupas, que é obtível por meio do processo como definido em qualquer uma das reivindicações de 4 a 7.

**RESUMO**

Patente de Invenção: **"COMPOSIÇÃO DETERGENTE SÓLIDA PARA LAVAGEM DE ROUPAS COMPREENDENDO TENSOATIVO DETERSIVO ANIÔNICO E UM MATERIAL VEÍCULO ALTAMENTE POROSO"**.

- 5           A presente invenção refere-se a uma composição detergente sólida para lavagem de roupas sob a forma de um particulado, a qual compreende: (a) tensoativo deterativo aniônico, (b) um material veículo sólido tendo: (i) um volume total dos poros maior que 0,3 mL/g, (ii) um diâmetro médio dos poros maior que 3 micrômetros, e (iii) uma área superficial menor
- 10       que 1,0 m<sup>2</sup>/g, (c) de 0% a menos que 5%, em peso da composição, de builder à base de zeólito, (d) de 0% a menos que 5%, em peso da composição, de builder à base de fosfato, e (e) opcionalmente, de 0% a menos que 5%, em peso da composição, de sal de silicato, em que ao menos parte do tensoativo deterativo aniônico e ao menos parte do material veículo sólido estão
- 15       sob a forma de uma mistura co-particulada.