



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

(21) PI 1005438-3 A2



(22) Data do Depósito: 01/02/2010

(43) Data da Publicação Nacional: 18/08/2020

(54) Título: BARRA DE LIMPEZA PESSOAL EXTRUSADA DE BAIXA MATÉRIA GRAXA TOTAL (TFM)

(51) Int. Cl.: C11D 9/00; C11D 9/26.

(30) Prioridade Unionista: 09/02/2009 US 0901953.0.

(71) Depositante(es): UNILEVER N.V.

(72) Inventor(es): CRISTIANE APARECIDA FURTADO CANTO; ANDRÉ MESSIAS KRELL PEDRO; SERGIO ROBERTO LEOPOLDINO.

(86) Pedido PCT: PCT EP2010051155 de 01/02/2010

(87) Publicação PCT: WO 2010/089269 de 12/08/2010

(85) Data da Fase Nacional: 05/08/2011

(57) Resumo: BARRA DE LIMPEZA PESSOAL EXTRUDADA DE BAIXA MATÉRIA GRAXA TOTAL (TFM). A presente invenção refere-se a uma barra de limpeza pessoal extrudada de baixa TFM que possui uma fase contínua que compreende: (a) 20% a menos que 45% de sabão de ácido graxo, em que o sabão de ácido graxo compreende pelo menos 30% de sabões de ácido graxo saturado com base no peso total do sabão, e em que o sabão de ácido graxo possui uma razão ROL, definida como o peso total de sabões de ácidos graxos oleicos dividido pelo peso total de sabões de ácidos graxos láuricos que satisfaz a Equação (1): $ROL = (-0,00063(TS^2) + 0,297(TS) - 1,95)$ (Mias ou menos) 15% (1), onde TS é o percentual em peso do sabão de ácido graxo na composição; (b) um sistema estruturante que compreende: (i) de 10% a 40% em peso da fase contínua de um estruturante polissacarídico selecionado a partir do grupo que consiste em amido, celulose e misturas dos mesmos (ii) de 8,0% a 30% em peso da fase contínua de um poliol selecionado a partir do grupo que consiste em glicerol, sorbitol e misturas dos mesmos, e (iii) 0 a 15% em peso da fase contínua do material particulado insolúvel em água, em que o peso do estruturante polissacarídico (...).

**“BARRA DE LIMPEZA PESSOAL EXTRUDADA DE BAIXA MATÉRIA
GRAXA TOTAL (TFM)”**

CAMPO DA INVENÇÃO

A presente invenção refere-se a barras de limpeza pessoal com
5 baixa TFM (Matéria Graxa Total) que são produzidas por estampagem e
extrusão em alta velocidade e são adequadas ao mercado de massa. As barras
de limpeza pessoal incluem um sistema estruturante poliol-polissacarídeo e
sabões de ácidos graxos com um nível restrito de sabões insaturados em
relação ao teor dos sabões solúveis saturados.

10 **ANTECEDENTES DA INVENÇÃO**

Barras de limpeza pessoal, como barras de sabão, têm exercido
um papel importante na higiene e seu uso rotineiro tem sido crítico na redução
da disseminação de doenças transmissíveis. Os fabricantes têm continuamente
buscado formas de aprimorar as propriedades sensoriais em uso e
15 compatibilidade dérmica das barras de limpeza pessoal e de aumentar sua
disponibilidade a preço acessível aos consumidores em todo o mundo.

Sabões de ácido graxo derivados de triglicerídeos ainda
continuam sendo o tensoativo predominante usado na maioria das barras de
limpeza pessoal. Com as crescentes demandas por triglicerídeos como
20 alimentos e recentemente como combustíveis alternativos, os custos destes
materiais estão aumentando. Consequentemente os fabricantes buscam
formas de utilizar mais eficientemente os sabões de ácido graxo nas barras de
limpeza pessoal. Quando o tensoativo predominante na barra de limpeza
pessoal é um sabão de ácido graxo, uma redução no tensoativo é comumente
25 expressa como uma redução da "Matéria Graxa Total" ou TFM. O termo TFM é
usado para denotar o percentual em peso de ácido graxo e resíduos de
triglicerídeos presentes em sabões sem considerar os cátions acompanhantes.
A medição de TFM é conhecida na técnica.

Uma estratégia que tem sido empregada para reduzir o teor de sabão em barras é substituir parte do sabão de ácido graxo por cargas inorgânicas e/ou níveis mais elevados de água.

Entretanto, o uso de níveis elevados de cargas inorgânicas e/ou
5 água confere diversas propriedades negativas, o que inclui um encolhimento significativo da barra durante armazenamento por evaporação de água e a um menor volume da barra devido à densidade mais alta de cargas inorgânicas.

Outra abordagem que tem sido utilizada para baixar o teor de tensoativo das barras é o uso de "coagel" formado em um processo de
10 moldagem por fusão. Aqui uma solução de tensoativo liquefeita é vertida em um molde e resfriada. A solução do tensoativo forma uma rede tridimensional altamente estendida. Muito embora a tecnologia de moldagem por fusão produza barras com um teor mais baixo de tensoativo, o processo é menos eficiente que a extrusão de alto rendimento. Ademais, barras moldadas por
15 fusão têm níveis substanciais de água e solventes, são sujeitas à secagem e sua taxa de desgaste é bem mais alta que a dos sabões de limpeza pessoal laminados. Consequentemente, tais barras são menos econômicas em uso que os sabões laminados.

Exemplos de abordagens baseadas nos conceitos acima incluem
20 os seguintes.

A publicação WO 01/42418 de Chokappa et al.. revela uma barra de detergente contendo 0,5 a 30% de alumina amorfa, um sal de metal alcalino de ácido carboxílico / sulfônico, 5-70% de ativo detergente e 10-55% de água.

A publicação WO 2006/094586 de Gangopadhyay et al.. revela
25 uma barra de detergente com baixa TFM que inclui sabão (15% a 30% de TFM); 25% a 70% de particulados inorgânicos que incluem talco e carbonato de cálcio; 0,5% a 10% de alumino-silicato; e 3% a 20% de água.

O documento US 6.440.908 de Racherla revela composições em

barra contendo um alto teor de umidade que inclui um composto borato que possibilita a retenção de quantidades elevadas de umidade sem comprometer as propriedades da barra.

A publicação WO 96/35772 de Wise et al.. revela composições para lavanderia em barra que inclui de cerca de 20% a cerca de 70% de tensoativo; de cerca de 12% a cerca de 24% de água; de cerca de 6,25% a cerca de 20% de carbonato de metal alcalino calculado em excesso; de cerca de 2% a cerca de 20% de sal de eletrólito forte inorgânico solúvel em água; e diversos ingredientes opcionais que incluem o amido íntegro - fragmentado.

A publicação WO 98/18896 de Rahamann et al.. revela composição de lavanderia em barra que inclui uma composição de sabão estruturada; de cerca de 5% a cerca de 50% de amido; e cerca de 25% a cerca de 45% de umidade.

Os documentos US 2007/0021314 e US 2007/0155639 de Salvador et al.. revelam composições de limpeza em barra que incluem (a) pelo menos cerca de 15% em água; (b) de cerca de 40% a cerca de 84% de sabão; e (c) de cerca de 1% a cerca de 15%, sal inorgânico. As composições em barra compreendem ainda um componente selecionado a partir do grupo que consiste em estruturante carboidrato, umectantes, ácido graxo livre, tensoativos sintéticos, e misturas dos mesmos.

O documento US 6838420B2 de Sachdev et al.. revela uma composição translúcida ou transparente que compreende (a) cerca de 3 a cerca de 40% em peso de sabão, (b) cerca de 4 a cerca de 40% em peso de pelo menos um tensoativo sintético, (c) cerca de 14 a cerca de 45% em peso de água, (d) de 0 a cerca de 3% em peso álcool monohídrico mais baixo, (e) cerca de 5 a cerca de 60% em peso de um umectante, (f) de 0 a cerca de 5% em peso de um estruturante, (g) de 0 a cerca de 10% em peso de um gelificante, desde que o estruturante e gelificante não sejam 0

simultaneamente.

O documento US 4.808.322 de James McLaughlin revela uma barra de limpeza-condicionamento dérmico não espumante consistindo essencialmente em 14% a 18% de materiais tensoativos aniônicos específicos; cerca de 40% a 72% de emolientes insolúveis em água específicos; 0% a 25% de uma carga derivada de amido; e 2% a 12% de água.

A publicação WO08055765 de Jagdish Gupta revela um sabão preparado de matéria graxa contendo 8 a 22 átomos de carbono, 30 a 60%, matéria graxa total (TFM). Da matéria graxa total é preferencial que 70 a 90% da matéria graxa total em peso seja insaturada. A barra de sabão tem menos que 30% de matéria graxa saturada em peso de matéria graxa total. O trabalho anterior descrito no Pedido de Patente GB 806340.6 identificou composições de sabão em barra extrudáveis com baixo teor de TFM que incluíam amido, polióis específicos e opcionalmente partículas insolúveis em água que não exigiam níveis elevados de água e cargas inorgânicas. Entretanto, esta tecnologia estava limitada a composições com um nível total de sabão de ácido graxo não inferior a 45%. Constatou-se que, quando o nível do sabão de ácido graxo estava abaixo de cerca de 45%, especialmente abaixo de 40%, o processamento e as propriedades em uso tornavam-se progressivamente mais sensíveis a pequenas alterações na composição. Esta sensibilidade aumentava à medida que o nível do sabão de ácido graxo total era reduzido a 20% de sabão, tornando complexa a produção em larga escala.

Experimentação extensiva adicional revelou que a maior sensibilidade das propriedades físicas de composições estruturadas com polissacarídeos como amido e celulose, poliois e opcionalmente material particulado insolúvel em água em um nível de sabão inferior a 45% está inesperadamente relacionada aos tipos e proporções relativas de componentes de sabão mais solúveis em água e ponto de fusão mais baixo que estejam

presentes na mistura do sabão.

Inesperadamente constatou-se que a razão dos sabões solúveis insaturados, como sabão de oleato, em relação aos sabões saturados mais solúveis em água e com ponto de fusão mais baixo, como sabão de laurato e sabão de miristato, era um parâmetro chave no controle dos níveis relativos de amido e poliol necessários à obtenção de composições extrudáveis com propriedades de barra aceitáveis. Ademais, constatou-se que o valor ideal desta razão e seu relacionamento em relação à composição ideal do sistema estruturante dependiam do nível total do sabão de ácido graxo na composição e, até certo ponto, da composição detalhada do sistema estruturante que adicionou outros níveis de complexidade à composição. Esse entendimento permite neste momento a definição de um espaço na composição para barras de sabão com um teor de sabão bem mais baixo, por exemplo, 20-40% de sabão, que tenha propriedades em uso altamente aceitáveis e possa ser fabricada por extrusão em alta velocidade. Esta tecnologia é o objeto da presente invenção.

DESCRIÇÃO RESUMIDA DA INVENÇÃO

As barras de limpeza pessoal da presente invenção são barras extrudadas e preferencialmente barras estampadas adequadas às aplicações do mercado de massa. Uma realização da presente invenção é uma barra de limpeza pessoal que possui uma fase contínua que inclui:

(a) 20% a menos que 45% de sabão de ácido graxo, preferencialmente 20% a menos que 40% de sabão de ácido graxo, em que o sabão de ácido graxo compreende pelo menos 30% de sabões de ácido graxo saturado com base no peso total do sabão, e em que o sabão de ácido graxo tem uma razão R_{OL} , definida como o peso total de sabões de ácidos graxos oleicos dividido pelo peso total de sabões de ácidos graxos láuricos que satisfaz a desigualdade dada na Equação (1):

$$R_{OL} \leq (-0,00063(TS^2) + 0,297(TS) - 1,95) \pm (15\%) \quad (1)$$

em que TS é o percentual em peso do sabão de ácido graxo total na fase contínua;

(b) um sistema estruturante que compreende:

(i) de 10% a 40% em peso de fase contínua de um estruturante polissacarídico selecionado a partir do grupo que consiste em amido, celulose e uma combinação dos mesmos;

(ii) de 8,0% a 30% em peso de fase contínua de um poliol selecionado a partir do grupo que consiste em glicerol, sorbitol e suas misturas; e,

(iii) 0 a 15% em peso de fase contínua de material particulado insolúvel em água; e,

em que o peso de estruturante polissacarídico dividido pelo peso de poliol, designado Rsp, está na faixa de 0,3 a 5,0, preferencialmente 0,5 a 4,5, e em que a composição de fase contínua é uma massa extrudável que possui uma dureza de penetrômetro de 3 a 8 kg e uma tensão de escoamento de 350 a 2000 kPa medida a uma temperatura de 40 °C.

DESCRIÇÃO DETALHADA DA INVENÇÃO

Em uma realização, o estruturante polissacarídico é o amido e a razão em peso dos componentes estruturantes amido e poliol está em uma faixa que depende do percentual em peso do sabão de ácido graxo total presente na fase contínua. Especificamente, o peso do componente amido dividido pelo peso do componente poliol, designado Rsp, satisfaz a desigualdade expressa pela Equação (2):

$$(0,0053(TS^2) - 0,44(TS) + 9,55) \pm 15\% \leq Rsp \leq (5,98 - 0,087(TS)) \pm 15\% \quad (2)$$

Em outra realização, o material particulado insolúvel opcional está presente em um nível de cerca de 3 a 15%, preferencialmente 5% a 10%.

Nesta realização o material insolúvel é preferencialmente um material particulado inorgânico.

Em outra realização, a composição em barra inclui um tensoativo sintético em um nível de até cerca de 10% em peso da barra, preferencialmente entre 2% e 8% em peso.

Em ainda outra realização, a fase contínua inclui um modificador
5 de deslizamento que aprimora expressivamente a percepção da barra molhada quando é friccionada sobre a pele, especialmente quando o polissacarídeo e/ou partículas insolúveis estão presentes na barra em níveis que se aproximam dos limites superiores de suas faixas de concentração úteis.

Em ainda outra realização, a fase contínua tem um teor de água
10 nominal não superior a 20% em peso, preferencialmente entre 14% e cerca de 18% em peso, quando a barra é inicialmente fabricada, isto é, imediatamente após ser extrudada e estampada.

Em ainda outra realização a fase contínua da barra compreende
15 25% a 35% de sabão em peso, O polissacarídeo é o amido e a Rsp está na faixa de 0,5 a 3,7.

Essas e outras realizações são descritas de forma mais completa abaixo no relatório descritivo adiante e nas diversas realizações que são ilustradas nos exemplos.

Como empregado neste documento percentual ou percentual em
20 peso se refere ao percentual em peso de um ingrediente em comparação ao peso total da composição ou componente que está sendo discutido (em geral a composição da fase contínua ou a composição do sabão de ácido graxo).

Salvo nos exemplos operacionais ou comparativos, ou onde explicitamente indicado de forma contrária, todos os números neste relatório
25 descritivo que indicam quantidades de material ou condições de reação, propriedades físicas de materiais e/ou uso devem ser entendidos como estando modificados pela expressão "cerca de". Todas as quantidades são em peso da composição final, salvo indicação em contrário. Salvo especificação

em contrário, o termo composição referir-se-á à composição da fase contínua da barra.

Para evitar dúvidas, o termo "que compreende" significa "que inclui", mas não necessariamente "que consiste em" ou "formada por". Em
5 outras palavras, as etapas, opções ou alternativas listadas não precisam ser exaustivas.

A presente invenção se refere a barras de limpeza pessoal extrudadas em que a fase contínua da barra compreende níveis específicos de sabões de ácido graxo, daqui por diante simplesmente designado "sabão"; de
10 cerca de 30% a cerca de 60% de um sistema estruturante; e diversos ingredientes opcionais. As composições utilizadas para preparar a fase contínua das barras da invenção e os métodos utilizados para fabricar e avaliar as composições e barras produzidas a partir das composições são descritos abaixo.

15 A expressão "fase contínua da barra" é utilizada em um sentido macroscópico para descrever a fase sólida maleável predominante na qual diversos domínios sólidos macroscópicos, a "fase dispersa", podem ser opcionalmente dispersados ou distribuídos. A fase contínua geral não é uma fase única no sentido microscópico, e sim uma mistura substancialmente
20 uniforme (isto é, dispersão) de microscópicos cristais de sabão e materiais líquidos e em gel ou cristalinos líquidos, componentes do sistema estruturante (por exemplo, amido, poliol, material particulado insolúvel), e diversos ingredientes opcionais. A fase contínua compreende em geral de 65% a 100% em peso da barra de limpeza pessoal. Na maior parte das aplicações, a fase
25 contínua compreende 90% a 100% da barra de limpeza pessoal.

A fase dispersa opcional pode estar na forma de listras, variações, pedaços (por exemplo, partes ou lascas de sólido), inclusões em forma de placa, veias, similares e misturas dos mesmos. A fase dispersa em

geral tem uma composição global diferente da fase contínua, mas somente pode diferir no nível ou tipo de colorante.

As composições em barra da invenção são capazes de ser fabricadas em elevadas taxas de produção através de processos que em geral envolvem a extrusão formando lingotes ou tarugos, e estampagem ou moldagem desses tarugos em tabletes, bolos ou barras individuais.

Pela expressão "capaz de altas taxas de fabricação" entende-se que a massa formada a partir da composição de fase contínua, e qualquer fase dispersa, é capaz de ser extrudada em uma taxa superior a 9 kg por minuto, preferencialmente a ou superior a 27 kg por minuto e idealmente a ou superior a 36 kg por minuto.

Barras de limpeza pessoal produzidas a partir de composições de acordo com a invenção, além de capazes de serem processadas em altas taxas de produção, também possuem uma taxa de propriedades físicas desejáveis que as tornam altamente adequadas ao uso diário pelos consumidores do mercado de massa.

Métodos de teste para estimar diversas propriedades físicas da composição que fornecem critérios objetivos para a fabricação de barras e propriedades em uso são descritos abaixo na seção METODOLOGIA DE TESTE.

COMPOSIÇÃO DA FASE CONTÍNUA

SABÃO DE ÁCIDO GRAXO

Os sabões de ácido graxo, tensoativos opcionais e, na realidade, todos os componentes da barra devem ser adequados ao contato rotineiro com a pele humana e preferencialmente produzir barras que sejam de alta espumagem.

O tipo preferencial de tensoativo é o sabão de ácido graxo. O termo "sabão" é ora utilizado para significar um metal alcalino ou sais de

alcanol amônio de ácidos monocarboxílicos alifáticos, alcano-, ou alceno
usualmente derivados de triglicerídeos naturais. Cátions de amônio de sódio,
potássio, magnésio, mono-, di- e tri-etanol, ou suas combinações, são os mais
adequados para os fins desta invenção. Em geral, sabões de sódio são
5 utilizados nas composições da invenção, mas de cerca de 1% a cerca de 25
por cento em peso do sabão pode ser de sabões de potássio, magnésio ou
trietanolamina. Os sabões úteis no presente caso são os reconhecidos sais de
metal alcalino de ácidos naturais ou sintéticos alifáticos (alcanóicos ou
alcenóicos) com cerca de 8 a cerca de 22 átomos de carbono,
10 preferencialmente cerca de 10 a cerca de 18 átomos de carbono. Eles podem
ser descritos como carboxilatos de metal alcalino de hidrocarbonetos saturados
ou insaturados contendo cerca de 8 a cerca de 22 átomos de carbono.

Sabões que têm a distribuição de ácido graxo do óleo de coco e
do óleo de palmiste podem proporcionar a extremidade mais inferior da ampla
15 faixa do peso molecular. Esses sabões que têm a distribuição do ácido graxo
do óleo de amendoim ou da semente de colza, ou seus derivados
hidrogenados, podem proporcionar a extremidade mais superior da ampla faixa
do peso molecular.

É preferencial usar sabões que tenham a distribuição do ácido
20 graxo do óleo de coco ou sebo, ou misturas dos mesmos, pois estão entre as
gorduras triglicerídeas mais prontamente disponíveis. A proporção de ácidos
graxos que têm pelo menos 12 átomos de carbono no sabão de óleo de coco é
cerca de 85%. Essa proporção será maior quando as misturas de óleo de coco
e gorduras, como sebo, óleo de palma, ou gorduras ou óleos de nozes não
25 tropicais são utilizadas, sendo que os comprimentos da cadeia principal são C₁₆
e mais altas. O sabão preferencial para uso nas composições desta invenção
tem pelo menos cerca de 85% de ácidos graxos contendo cerca de 12 a 18
átomos de carbono.

Os sabões preferenciais para uso na presente invenção devem incluir pelo menos cerca de 30% de sabões saturados, isto é, sabões derivados de ácidos graxos saturados, preferencialmente pelo menos cerca de 40% de sabões saturados em peso do sabão.

5 Sabões podem ser classificados em três categorias extensas que diferem quanto ao comprimento de cadeia da cadeia de hidrocarboneto, isto é, o comprimento da cadeia do ácido graxo, e se o ácido graxo é saturado ou insaturado. Para fins da presente invenção essas classificações são:

Sabões "láuricos" incluem sabões que são derivados predominantemente de ácido graxo saturado C_{12} a C_{14} , isto é, ácido láurico e mirístico, podendo conter quantidades menores de sabões derivados de ácidos graxos de cadeia mais curta, por exemplo, C_{10} . Sabões láuricos são em geral derivados na prática da hidrólise de óleos de nozes, como óleo de coco e óleo de palmiste.

15 Sabões "esteáricos" incluem sabões que são derivados predominantemente de ácido graxo saturado C_{16} a C_{18} , isto é, ácido palmítico e esteárico, podendo conter níveis menores de sabões saturados derivados de ácidos graxos de cadeia mais longa, por exemplo, C_{20} . Sabões esteáricos são em geral derivados na prática de óleos triglicerídeos, como sebo, óleo de palma e estearina de palma.

Sabões "oleicos" incluem sabões que são derivados de ácidos graxos insaturados que incluem predominantemente o ácido oleico ($C_{18:1}$), ácido linoleico ($C_{18:2}$), ácido miristoleico ($C_{14:1}$) e ácido palmitoleico ($C_{16:1}$), bem como quantidades menores de ácidos graxos poli-insaturados e insaturados de cadeia mais curta e mais longa. Sabões oleicos em geral são derivados na prática da hidrólise de várias gorduras e óleos triglicerídeos como sebo, óleo de palma, óleo de semente de girassol e óleo de soja.

O óleo de coco empregado para o sabão pode ser substituído no

todo ou em parte por outros óleos "ricos em láuricos" ou "com alto teor de láuricos", ou seja, óleos ou gorduras em que pelo menos 45% dos ácidos graxos totais sejam formados por ácido láurico, ácido mirístico e misturas dos mesmos. Esses óleos são geralmente exemplificados pelos óleos de nozes tropicais da classe do óleo de coco. Por exemplo, eles incluem: óleo de 5 palmiste, óleo de babaçu, óleo de ouricuri, óleo de tucum, óleo de noz de cohune, óleo de murumuru, óleo de semente de jaboti, óleo de semente de khakan, óleo de noz de dika, e manteiga de ucuúba.

Quando uma massa sólida que compreende uma mistura de 10 sabões láuricos, esteáricos e oleicos é aquecida, os sabões láuricos e oleicos, que são mais solúveis em água e possuem pontos de fusão mais baixos que os sabões esteáricos, combinam com água e outros componentes presentes na composição para formar uma fase de cristal líquida mais ou menos fluida dependendo do teor de água e da temperatura. Esta transformação de sabões 15 láuricos e oleicos a partir de uma fase de cristal sólido para líquido confere plasticidade à massa que permite ser misturada e trabalhada sob cisalhamento, isto é, a massa é termoplástica.

Considerou-se como crítico o uso de um sistema estruturante que compreende uma mistura de amido e/ou celulose, poliol e material particulado 20 insolúvel opcional, para controlar as proporções relativas de sabões oleicos e láuricos nas composições da presente invenção a fim de obter barras aceitáveis com baixo teor de TFM, por exemplo, barras contendo 20% a 40% sabão. Especificamente, constatou-se que a razão de sabões Oleicos em relação a sabões Láuricos, designada R_{OL} , deve estar abaixo de um valor limiar 25 que depende do percentual total em peso (%) do sabão presente na composição de fase contínua, designado TS. Este valor limiar pode ser expresso pela desigualdade estabelecida na Equação (1) que foi determinada empiricamente.

$$R_{OL} \leq (-0,00063(TS^2) + 0,297(TS) - 1,95) (\pm 15\%) \quad (1)$$

Exemplos destes limites em diversos valores representativos do percentual em peso total do sabão (TS) são mostrados na Tabela 1 abaixo.

TABELA 1

RAZÕES APROXIMADAS MÁXIMAS DOS SABÕES OLEICOS/LÁURICOS

	TFM				
	20%	25%	30%	35%	40%
% em peso aproximado do sabão	21,6	27	32,4	37,8	43,2
Equação 1 R_{OL}	4,0 – 4,2	5,4 – 6,0	7,0 – 7,3	8,0 – 8,9	9,2 - 10,3

Um sabão preferencial é uma mistura de cerca de 10% a cerca de 40% de derivados de óleo de coco, óleo de palmiste ou óleos ricos em láuricos e cerca de 90% a cerca de 60% de sebo, óleo de palma, estearina de palma ou outros óleos ricos em esteáricos ou uma combinação dos mesmos, desde que a razão de sabão oleicos e láuricos, R_{OL} , satisfaça os critérios acima.

Sabões podem ser produzidos pelo processo clássico de fervura em caldeira ou pelos modernos processos contínuos de fabricação de sabão em que as gorduras e óleos naturais, como sebo, óleo de palma ou óleo de coco ou seus equivalentes, são saponificados com um hidróxido de metal alcalino usando procedimentos bastante conhecidos pelos indivíduos versados na técnica. Dois processos extensos são de particular importância comercial. O processo SAGE, onde triglicerídeos são saponificados com uma base, por exemplo, hidróxido de sódio, e os produtos da reação extensivamente tratados e o componente glicerina extraído e recuperado. O segundo processo é o processo SWING, onde o produto da saponificação é diretamente utilizado com um tratamento menos exaustivo e a glicerina do triglicerídeo não é separada, e sim incluída nas barras e/ou massa base de sabão acabados.

Como alternativa, os sabões podem ser produzidos pela

neutralização dos ácidos graxos (por exemplo, ácidos graxos destilados), como o ácido láurico (C₁₂), mirístico (C₁₄), palmítico (C₁₆), esteárico (C₁₈) e oleico (C_{18:1}) e suas misturas com um carbonato ou hidróxido de metal alcalino. O nível de sabão de ácido graxo na fase contínua da barra (geralmente uma
5 mistura de isômeros e/ou comprimentos de cadeia diferentes) pode estar na faixa de 20% a menos que 45%, preferencialmente 20% a cerca de 40% e mais preferencialmente cerca de 25% a 35% com base no peso total da composição de fase contínua.

Outros tensoativos além do sabão (comumente denominados
10 "tensoativos sintéticos" ou "sindets") podem ser opcionalmente incluídos na barra geralmente em níveis até e incluindo cerca de 10%, preferencialmente em níveis entre cerca de 2% a cerca de 7% em peso da barra. Exemplos de sindets adequados são descritos abaixo sob o título INGREDIENTES OPCIONAIS.

SISTEMA ESTRUTURANTE

15 O sistema estruturante inclui um ou mais estruturantes polissacarídeos selecionados do a partir do grupo que consiste em amido, celulose e suas misturas; um ou mais polióis; e opcionalmente, material particulado insolúvel em água.

20 O nível total do sistema estruturante utilizado na composição deve ser maior que 30% em peso, preferencialmente 30% a 70% e com preferência máxima 35% a cerca de 55% com base no peso total da fase contínua. Por nível total do sistema estruturante entende-se a soma dos pesos de amido/celulose, poliol, e material particulado insolúvel opcional.

25 Materiais de amido adequados incluem amido natural (de milho, trigo, arroz, batata, tapioca e similares), amido pré-gelatinizado, amido fisicamente e quimicamente modificado e misturas dos mesmos. Pela expressão amido natural entende-se o amido que não foi submetido à

modificação química ou física – também denominado amido bruto ou nativo.

Um amido preferencial é amido de milho americano (milho), mandioca, trigo, batata, arroz e outras fontes naturais dos mesmos, natural ou nativo. Amido bruto com razão diferente de amilose e amilopectina inclui: milho
5 (25% de amilose); milho ceroso (0%); milho com elevado teor de amilose (70%); batata (23%); arroz (16%); sagu (27%); mandioca (18%); trigo (30%) e outros. O amido bruto pode ser utilizado diretamente ou ser modificado durante o processo de produção da composição em barra, de modo que o amido passa parcial ou completamente ao estado gelificado.

10 Outro amido adequado é pré-gelatinizado que é um amido que foi gelatinizado antes de ser adicionado como ingrediente nas presentes composições em barra. Estão disponíveis várias formas que gelificarão em diferentes temperaturas, por exemplo, amido dispersível em água fria. Um amido pré-gelatinizado comercial adequado é fornecido por National Starch Co.
15 (Brasil) sob o nome comercial FARMAL CS 3400, mas outros materiais comercialmente disponíveis com características similares são adequados.

Materiais celulósicos adequados podem ser originados de diversas fontes, por exemplo, madeira, algodão, e diversas gramíneas, como a grama *switchgrass* e cana-de-açúcar (bagaço). A biomassa da planta pode ser
20 processada por uma série de técnicas físico-químicas e purificada como necessário. Uma celulose particularmente adequada tem um tamanho de partícula inferior a 100 micra, preferencialmente inferior a 50 micra e preferencialmente igual ou inferior a 45 micra.

Exemplos de celuloses adequadas incluem celulose
25 microcristalina, éter de alquilcelulose hidroxialquila e mistura dos mesmos.

Um material celulósico preferencial é a celulose microcristalina que em geral é produzido de alfa celulose e é uma celulose particulada altamente cristalina feita basicamente de agregados cristalinos. Isto é

tipicamente realizado com um ácido mineral forte (por exemplo, cloreto de hidrogênio). Esse processo de hidrólise ácida produz celulose microcristalina de agregados particulados predominantemente grosseiros, tipicamente com um tamanho médio na faixa de 10 a 40 micra. Uma celulose microcristalina comercial adequada é fornecida por FMC Biopolymer (Brasil) sob o nome comercial AVICEL GP 1030, mas outros materiais comercialmente disponíveis com características similares são adequados.

Um estruturante polissacarídico preferencial é o amido, com preferência máxima um amido natural (amido bruto), um amido pré-gelatinizado, um amido quimicamente modificado ou misturas dos mesmos.

A quantidade do componente polissacarídeo (por exemplo, amido e/ou celulose) na fase contínua pode estar na faixa de cerca de 10% a cerca de 40%, preferencialmente 20% a 40% e mais preferencialmente 30% a 40% em peso da composição.

Um segundo componente crítico do sistema estruturante é um polioliol ou mistura de polióis. O polioliol é um termo aqui utilizado para designar um composto dotado de múltiplos grupos hidroxila (pelo menos dois, preferencialmente pelo menos três) que é altamente solúvel em água, preferencialmente livremente solúvel, em água.

Diversos tipos de polióis são disponíveis incluem: compostos polihidroxilados de cadeia curta e peso molecular relativamente baixo, como glicerol e propileno glicol; açúcares, como sorbitol, manitol, sucrose e glucose; carboidratos modificados, como amido hidrolisado, dextrina e maltodextrina, e polióis sintéticos poliméricos, como polialquilenoglicóis, por exemplo, polioxietileno glicol (PEG) e polioxipropileno glicol (PPG).

Polióis preferenciais são compostos de peso molecular relativamente baixo que são líquidas ou prontamente formam soluções aquosas altamente concentradas estáveis, por exemplo, superior a 50% e

preferencialmente igual ou superior a 70% em peso em água. Esses incluem açúcares e polióis de baixo peso molecular.

Polióis especialmente preferenciais são o glicerol, sorbitol e suas misturas.

5 O nível de poliol é crítico na formação de uma massa termoplástica cujas propriedades materiais são adequadas tanto para fabricação em alta velocidade (27 - 36 kg/min) quanto para uso como uma barra de limpeza pessoal. Constatou-se que, quando o nível de poliol é muito baixo, a massa não é suficientemente plástica na temperatura de extrusão, tipicamente 40 °C a 45 °C. Por outro lado, quando o nível de poliol é muito elevado, a massa fica muito maleável para ser formada eficientemente em barras por extrusão nas temperaturas de processo normal. O nível de poliol deve estar entre 8% e 30%, preferencialmente 10 a 20% e preferencialmente cerca de 10% a cerca de 15% em peso da composição.

15 A razão em peso do amido e/ou celulose em relação ao poliol na fase contínua é crítica para formar composições que possam ser extrudadas em alta velocidade e proporcionar barras que tenham boas propriedades em uso, como um baixo nível de viscosidade e uma baixa taxa de desgaste.

O peso do estruturante polissacarídico em relação ao peso do poliol, designado Rsp, deve estar na faixa de cerca de 0,3 a cerca de 5, preferencialmente 0,7 a cerca de 4,5 com base no peso total da fase contínua. Constatou-se que a razão exata necessária à obtenção de composições aceitáveis depende primordialmente do nível total de sabão empregado na fase contínua e até certo ponto de R_{OL}.

25 Constatou-se por meio de experimentação extensiva que, quando o estruturante polissacarídico é amido e/ou celulose, o Rsp, de satisfazer aproximadamente a desigualdade estabelecida na Equação (2):

$$(0,005(TS^2) - 0,4(TS) + 9,5) \pm 15\% \leq Rsp \leq (6,0 - 0,09(TS)) \pm 15\% \quad (2)$$

Um exemplo das razões mínima e máxima de amido/glicerina computadas a partir da desigualdade na Equação (2) em função do percentual em peso total do sabão (TS) é mostrado como uma função do sabão total TS na Tabela 2 abaixo.

5

TABELA 2**LIMITES APROXIMADOS PARA AS RAZÕES DE AMIDO/POLIOL**

	TFM				
	20%	25%	30%	35%	40%
% em peso aproximado do sabão	21,6	27	32,4	37,8	43,2
Equação 3 Razão Mínima de Amido/Poli	2,4 – 2,6	1,4 – 1,6	0,8 – 0,9	0,3 – 0,7	0,3 – 0,6
Equação 3 Razão Máxima de Amido/Poliol	3,9 – 4,3	3,4 – 3,6	3,0 – 3,4	2,5 – 2,9	2,0 – 2,5

O sistema estruturante pode opcionalmente incluir um ou uma combinação de materiais particulados insolúveis. Por material particulado insolúvel entendem-se materiais que estão presentes na fase contínua como partículas sólidas finamente divididas e que são adequados para aplicações de limpeza pessoal. O material particulado pode ser inorgânico ou orgânico ou uma combinação, desde que seja insolúvel em água. O material particulado insolúvel não deve ser percebido de forma áspera ou granular e, sendo assim, deve ter um tamanho de partícula inferior a 300 micra, mais preferencialmente inferior a 100 micra e com preferência máxima inferior a 50 micra.

Um material particulado inorgânico inclui talco e carbonato de cálcio. O talco é um material mineral de silicato de magnésio, com uma estrutura de silicato laminar representada pela fórmula química $Mg_3Si_4(O)_{10}(OH)_2$, e pode estar disponível na forma hidratada. O talco tem uma morfologia de placa, e é substancialmente oleofílico/hidrofóbico.

O carbonato de cálcio ou giz existe em três formas cristalinas:

calcita, aragonita e vaterita. A morfologia natural da calcita é romboédrica ou cubóide, acicular ou dendrítica para a aragonita e esférica para a vaterita.

Sob o aspecto comercial, o carbonato de cálcio ou giz (carbonato de cálcio precipitado) é produzido por um método de carbonação em que o gás do dióxido de carbono é borbulhado através de uma suspensão aquosa de hidróxido de cálcio. Neste processo, o tipo do cristal de carbonato de cálcio é calcita ou uma mistura de calcita e aragonita.

Exemplos de outros materiais particulados inorgânicos insolúveis opcionais incluem alumino silicatos, aluminatos, silicatos, fosfatos, sulfatos insolúveis, boratos e argilas (por exemplo, caulim, argila da china) e suas combinações.

Materiais particulados orgânicos incluem: polissacarídeos insolúveis, amido não solubilizado ou altamente reticulado (por exemplo, pela reação com um hidrófobo, como octil succinato); polímeros sintéticos ou naturais, como várias redes poliméricas e polímeros de suspensão e misturas dos mesmos. O sistema estruturante pode compreender até e inclusive cerca de 15% de material particulado insolúvel, preferencialmente 4% a cerca de 10%, com base no peso total da composição.

É preciso notar que as limitações às razões de sabões oleicos em relação aos láuricos e de polissacarídeo em relação ao poliol citadas nas Equações 1 e 2 significam metas para reduzir sobremaneira a experimentação. Entretanto, as Equações são aproximadas à medida que se referem às composições nos valores marginais das desigualdades (isto é, os pontos finais de cada equação). À medida que a composição se aproxima da margem, outros componentes, como perfumes, óleos emolientes, eletrólitos, bem como a variabilidade na distribuição do ácido graxo e componente amido/celulose pode interferir nas propriedades do material da composição (por exemplo, tensão de escoamento e dureza). É preferencial objetivar que as razões

estejam no âmbito das margens. Ao ajustar os limites de erro na Equação 1 e Equação 2 tentamos capturar a variabilidade que tipicamente encontramos nos limites marginais. Entretanto, a limitação prioritária na composição é que a composição seja uma massa extrudável que possui uma dureza de
5 penetrômetro de 3 a 8 kg e de uma tensão de escoamento de 350 a 2000 kPa medida a uma temperatura de 40 °C.

TEOR DE ÁGUA

As composições em barra da invenção não compreendem um nível especialmente elevado de água em comparação às barras de sabão
10 típicas extrudadas e estampadas que tipicamente podem estar na faixa de cerca de 13 a cerca de 18% água quando recém produzidas, isto é, após a extrusão e estampagem. Na realidade, é preferencial que o teor de água da barra recém produzida seja inferior a 20%, e preferencialmente esteja entre 14% e 18% com base no peso total da barra. Sendo assim, nas realizações
15 preferenciais, o nível de água das barras recém produzidas da invenção é mais baixo que o teor de água de barras recém produzidas e vertidas ou barras moldadas por fusão, isto é, o teor de água nominal com base na formulação como produzida em uma fábrica, o que tipicamente ultrapassa 25% em peso nas composições moldadas por fusão.

20 Ressalta-se que os níveis de água preferenciais citados acima se referem a barras recém produzidas. Esta quantidade "nível de água inicial" ou "teor de água inicial" da barra recém produzida é ainda designada como "teor de água nominal" ou "nível de água nominal" da composição. Como é de amplo conhecimento, barras de sabão são submetidas à secagem durante o
25 armazenamento, isto é, a água evapora da barra quando a umidade relativa é mais baixa que a pressão de vapor inicial da água em equilíbrio com a composição em barra, muito embora a quantidade de evaporação dependa da taxa de difusão da água a partir da barra. Portanto, dependendo de como a

barra é armazenada (tipo de envoltório, temperatura, umidade, circulação de ar, etc.) o teor de água efetivo da barra no momento da amostragem pode obviamente diferir de forma significativa do teor de água nominal da barra imediatamente após a fabricação.

5

INGREDIENTES OPCIONAIS

SAIS SOLÚVEIS ADICIONADOS

Pelo termo sal solúvel "adicionado" entende-se um ou mais sais que são introduzidos na barra além dos sais que estão presentes na barra como resultado da saponificação e neutralização dos ácidos graxos, por exemplo, NaCl gerado pela saponificação com hidróxido de sódio e neutralização com ácido clorídrico.

Uma variedade de sais solúveis em água poderia ser potencialmente utilizada. Os sais preferenciais são sais solúveis em água que não contêm cátions que precipitam com sabão, isto é, que formam precipitados insolúveis com os carboxilatos de ácido graxo. Sendo assim, os sais solúveis em água contendo íons divalentes, como cálcio, magnésio e zinco e íons trivalentes, como alumínio, devem ser evitados. Naturalmente sais de cálcio altamente insolúveis, como carbonato de cálcio, podem ser utilizados como material particulado insolúvel opcional, como parte do sistema estruturante como discutido acima.

Sais solúveis especialmente preferenciais compreendem cátions monovalentes que formam sabões de ácido graxo solúvel (como sódio, potássio, alquilanolamônio, mas não lítio) e ânions divalentes (por exemplo, sulfatos, carbonatos, e isetionatos), ânions trivalentes (por exemplo, citratos, sulfossuccinatos, fosfatos) e ânions multivalentes (por exemplo, polifosfatos e poliacrilatos).

Sais especialmente preferenciais são sulfatos, carbonatos, fosfatos, citratos, sulfossuccinatos e isetionatos de sódio e potássio e misturas

dos mesmos.

Foi constatado que os sais adicionados eram úteis na redução da taxa de desgaste e viscosidade. Sem buscar vinculação teórica, acredita-se que uma quantidade limitada de um ou mais sais solúveis em água reduz o nível da fase de cristal líquido (por exemplo, fase lamelar) na barra e, portanto, permite à barra acomodar um sistema estruturante compósito que em si compreende um certo grau líquido. Entretanto, a incorporação de sais em demasia reduz a fase de cristal líquido a um nível onde a barra passa a ser insuficientemente maleável, podendo exibir uma fratura excessiva.

O nível de sal adicionado (isto é, excluindo-se os sais gerados durante a saponificação, como NaCl) deve ser inferior a 2,0% (por exemplo, 1,5% a 2%), preferencialmente inferior a 1,5%, preferencialmente até cerca de 1,0%, preferencialmente até e inclusive 0,8%. Em algumas circunstâncias um nível salino de cerca de 0,3% a cerca de 0,8% é útil.

Deve-se notar que os sais não são usados na presente invenção para baixar a atividade da água de modo a acomodar níveis muito elevados de água na barra, que são características de algumas barras com baixo teor de TFM descritas na técnica anterior, isto é, o uso de eletrólitos para impedir ou diminuir o ritmo de secagem da barra. De fato, as barras da presente invenção têm níveis de água que não são especialmente elevados (até cerca de 20%) em comparação às barras de sabão comerciais normais, que podem exibir um teor de água nominal na faixa de cerca de 13 a cerca de 15-18%. Sendo assim, níveis de sais na faixa de 2,5 a 8% típicos das barras com alto teor de água da técnica anterior, seriam prejudiciais às barras aqui descritas.

ÁCIDO GRAXO LIVRE E TRIGLICERÍDEOS

Um ingrediente opcional útil é o ácido graxo e/ou triglicerídeos que sejam úteis para melhorar a espumagem, bem como modificar a reologia em níveis baixos incorporada na composição para incrementar a plasticidade.

Ácidos graxos potencialmente adequados são os ácidos graxos C₈-C₂₂. Ácidos graxos preferenciais são C₁₂-C₁₈, preferencialmente predominantemente ácidos graxos saturados de cadeia reta. Entretanto, alguns ácidos graxos insaturados também podem ser empregados. Naturalmente os ácidos graxos livres podem ser misturas de ácidos graxos de comprimento de cadeia mais curta (por exemplo, C₁₀-C₁₄) e comprimento de cadeia mais longo (por exemplo, C₁₆-C₁₈). Por exemplo, um ácido graxo útil é o ácido graxo derivado de triglicerídeos com alto teor de láuricos, como óleo de coco, óleo de palmiste, e óleo de babaçu.

O ácido graxo pode ser incorporado diretamente ou pode ser gerado no local pela adição de um ácido prótico ao sabão durante o processamento. Exemplos de ácidos próticos adequados incluem: ácidos minerais como ácido clorídrico e ácido sulfúrico, ácido adípico, ácido cítrico, ácido glicólico, ácido acético, ácido fórmico, ácido fumárico, ácido láctico, ácido málico, ácido maleico, ácido succínico, ácido tartárico e ácido poliacrílico.

O nível do ácido graxo com comprimentos de cadeia igual ou inferior a 14 átomos de carbono e não deve em geral ultrapassar 5,0%, preferencialmente não ultrapassar cerca de 1% e com preferência máxima ser igual ou inferior a 0,8% com base no peso total da fase contínua.

TENSOATIVOS SINTÉTICOS

As composições em barra opcionalmente podem incluir tensoativos do tipo sintético diferentes de sabão (detergentes) – os denominados "sindets". Os sindets podem incluir tensoativos aniônicos, tensoativos não iônicos, tensoativos anfotéricos ou zwitteriônicos e tensoativos catiônicos. O nível de tensoativo sintético presente na barra em geral não é maior que cerca de 10% na fase contínua, muito embora a inclusão de níveis mais elevados na barra possa ser vantajosa para algumas aplicações. Algumas realizações da invenção incluem sindets em um nível de cerca de 2% a 10%,

preferencialmente cerca de 4% a cerca de 10%.

Sindets especialmente preferenciais incluem tensoativos aniônicos (diferentes de sabão), tensoativos anfotéricos e tensoativos não iônicos.

5 No aspecto vantajoso, as composições de asseio pessoal em barra da presente invenção podem conter um ou mais tensoativos de sindet aniônico diferente de sabão (simplesmente designados "sindets aniônicos") em um nível de até cerca de 20%, preferencialmente 0 a 10% e mais preferencialmente 2% a 5% com base no peso total da fase contínua. Sindets
10 aniônicos adequados podem ser, por exemplo, um sulfonato alifático, como um sulfonato de alcano primário (por exemplo, C₈-C₂₂) dissulfonato de alcano primário (por exemplo, C₈-C₂₂), sulfonato de alceno C₈-C₂₂, sulfonato de hidroxialcano C₈-C₂₂ ou sulfonato de alquil gliceril éter (AGS); ou um sulfonato aromático, como sulfonato de alquil benzeno. Sulfonatos de alfa olefina são
15 outros tensoativos aniônicos adequados.

O sindet aniônico também pode ser um sulfato de alquila (por exemplo, sulfato de alquila C₁₂-C₁₈), especialmente um sulfato de álcool primário ou um sulfato de alquil éter (inclusive sulfatos de alquil gliceril éter).

O sindet aniônico também pode ser um ácido graxo sulfonado
20 como alfa ácido graxo de sebo sulfonado, um éster de ácido graxo sulfonado, como alfa seboato de metil sulfonado e ou misturas dos mesmos.

O sindet aniônico também pode ser sulfossuccinatos de alquila (incluindo-se mono- e dialquila, por exemplo, sulfossuccinatos C₆-C₂₂); laureatos de alquila e acila, sarcosinatos de alquila e acila, sulfoacetatos,
25 fosfatos de alquila e fosfatos C₈-C₂₂, ésteres de fosfato de alquila e ésteres de fosfato de alcóxil alquila, lactatos de acila ou lactilatos, maleatos e succinatos de monoalquila C₈-C₂₂, sulfoacetatos, e isetionatos de acila.

Outra classe de sindets aniônicos é a dos carboxilatos de etoxi

alquila C₈ a C₂₀ (1-20 EO).

Outro sindet aniônico adequado são os isetionatos de acila C₈-C₁₈. Esses ésteres são preparados pela reação entre isetionato de metal alcalino com ácidos graxos alifáticos mistos com 6 a 18 átomos de carbono e um valor de iodo inferior a 20. Pelo menos 75% dos ácidos graxos mistos têm de 12 a 18 átomos de carbono e até 25% têm de 6 a 10 átomos de carbono. O isetionato de acila também pode ser isetionatos alcoxilados.

Com frequência, o sindet aniônico compreenderá a maior parte dos tensoativos sintéticos usados na composição.

Tensoativos anfotéricos que podem ser utilizados nesta invenção incluem pelo menos um grupo ácido. Este pode ser um grupo ácido carboxílico ou sulfônico. Eles incluem nitrogênio quaternário e, portanto, são aminoácidos quaternários. Devem em geral incluir um grupo alquila ou alquenila de 7 a 18 átomos de carbono. Tensoativos anfotéricos adequados incluem anfoacetatos, alquil e alquil amido betainas, e alquil e alquil amido sulfobetainas.

A intenção ainda que anfoacetatos e dianfoacetatos sejam cobertos em possíveis compostos zwitteriônicos e/ou anfotérico passíveis de utilização.

Tensoativos não iônicos adequados incluem os produtos da reação de compostos dotados de um grupo hidrofóbico e um átomo de hidrogênio reativo, por exemplo, ácidos graxos ou alcoóis alifáticos, com óxidos de alquilenos, especialmente óxido de etileno, seja isoladamente ou junto com óxido de propileno. Exemplos incluem os produtos da condensação de alcoóis alifáticos (C₈-C₁₈) de cadeia ramificada ou linear primários ou secundários com óxido de etileno, e produtos produzidos pela condensação de óxido de etileno com os produtos da reação do óxido de propileno e etilenodiamina. Outros denominados compostos detergentes não iônicos incluem óxidos de amina terciária de cadeia longa, óxidos de fosfina terciária de cadeia longa e

sulfóxidos de dialquila.

O não iônico também pode ser um, éteres, ésteres ou amidas a base de açúcar ou carboidrato, como alquil (poli) sacarídeo e alquil (poli) sacarídeo amidas.

5 Exemplos de detergentes catiônicos são os compostos de amônio quaternário como haletos de alquildimetilamônio.

Outros tensoativos que podem ser utilizados são descritos na Patente US 3.723.325 concedida a Parran Jr. e "Surface Active Agents and Detergents" (Vol. I & II) por Schwartz, Perry & Berch, ambos aqui também
10 incorporados no pedido em questão por meio de citação.

MODIFICADOR DE DESLIZAMENTO

Ingredientes opcionais bastante úteis são os modificadores de deslizamento. A expressão "modificador de deslizamento" é aqui utilizada para designar materiais que, quando presentes em níveis relativamente baixos (em
15 geral inferior a 1,5% com base no peso total da composição em barra) reduzirão sensivelmente o atrito percebido entre a barra molhada e a pele. Os modificadores de deslizamento mais adequados são úteis em um nível igual ou inferior a 1 por cento em peso, preferencialmente de 0,05 a 1% e mais preferencialmente de 0,05% a 0,5%.

20 Modificadores de deslizamento são particularmente úteis nas composições em barra que contêm amido/ celulose e/ou partículas insolúveis cujos níveis estejam próximos à extremidade mais superior da faixa de concentração útil para esses materiais, por exemplo, 30-40% para o amido com 5-10% de material particulado insolúvel. Constatou-se que a incorporação de
25 níveis mais altos de amido e/ou partículas insolúveis aumenta o atrito da pele molhada da barra e as barras são percebidas como "resistentes ao arrastamento" (têm um alto nível percebido de "arrasto" por atrito na pele). Muito embora alguns consumidores não se preocupem com esta qualidade

sensorial, outros não apreciam. De modo geral, os consumidores preferem barras que deslizem facilmente sobre a pele e sejam percebidas como deslizantes.

Constatou-se que determinados materiais hidrofóbicos incorporados em baixos níveis podem reduzir dramaticamente o arrasto por atrito da pele úmida de barras contendo níveis mais elevados de amido e/ou partículas insolúveis para aprimorar a aceitabilidade do consumidor.

Modificadores de deslizamento adequados incluem petrolato, ceras, lanolinas, óxidos de poli-alceno, -alceno, polialquilenos, resinas de óxido de polietileno de alto peso molecular, silicones, polietileno glicóis e misturas dos mesmos.

Um modificador de deslizamento particularmente adequado é a resina de óxido de polietileno de alto peso molecular. Preferencialmente o peso molecular da resina de polióxido de etileno é superior a 80.000, mais preferencialmente pelo menos 100.000 Daltons e com preferência máxima pelo menos 400.000 Daltons. Exemplos de resinas de polióxido de etileno adequados de alto peso molecular são resinas solúveis em água fornecidas pela Dow Chemical Company sob o nome comercial POLYOX. Um exemplo é WSR N-301 (peso molecular de 4.000.000 Daltons).

20

ADJUVANTES

Adjuvantes são ingredientes que aprimoram as qualidades estéticas da barra, especialmente as propriedades visuais, tácteis e olfativas, seja direta (perfume) ou indiretamente (conservantes). Uma ampla gama de ingredientes opcionais pode ser incorporada nas barras da atual invenção. Exemplos de adjuvantes incluem, mas não se restringem a: perfumes; agentes de opacidade como alcoóis graxos, ácidos graxos etoxilados, ésteres sólidos, e TiO_2 ; corantes e pigmentos; agente perolizante, como micas revestidas por TiO_2 micas e outros pigmentos de interferência; partículas especulares em

25

forma de placa, como cintilações orgânicas; elementos sensoriais, como mentol e gengibre; conservantes, como dimetiloldimetilhidantoína (Glydant XL1000), parabeno, ácido sórbico e outros similares; antioxidantes como, por exemplo, hidroxitolueno butilado (BHT); agentes quelantes como sais do ácido de etileno
5 diamina tetra acético (EDTA) e etidronato trisódico; estabilizadores de emulsão; espessantes auxiliares; agentes de tamponamento; e misturas dos mesmos.

O nível do agente perolizante deve estar entre cerca de 0,1% a cerca de 3%, preferencialmente entre 0,1% e 0,5% e com preferência máxima entre cerca de 0,2 a cerca de 0,4% com base no peso total da composição.

10 Adjuvantes são comumente denominados no coletivo como "agentes secundários" na técnica de produção de sabão e frequentemente incluem no mínimo, colorante (corantes e pigmentos), perfume, conservantes e sais e óleos residuais do processo de fabricação do sabão, e vários ingredientes emotivos, como hamamélis. Agentes secundários em geral
15 constituem 4 a 10% em peso da composição de fase contínua total, preferencialmente 4 a 8%, e com frequência cerca de 5-7% da fase contínua.

AGENTES BENEFICIADORES DA PELE

Uma classe particular de ingredientes opcionais aqui destacada é a dos agentes beneficiadores da pele incluídos para promover
20 condicionamento e saúde da pele e dos cabelos. Potenciais agentes beneficiadores incluem, mas não se restringem a: lipídeos, como colesterol, ceramidas, e pseudoceramidas; agentes antimicrobianos, como TRICLOSAN; filtros solares como cinamatos; partículas esfoliantes, como esferas de polietileno, cascas de noz, sementes de abricó, sementes e pétalas de flores, e
25 substâncias inorgânicas, como sílica, e pedra pome; emolientes adicionais (agentes de amaciamento da pele) como ceras e alcoóis de cadeia longa, como a lanolina; hidratantes adicionais; agentes de tonificação da pele; nutrientes da pele, como vitaminas, como a vitamina C, D e E e óleos

essenciais, como bergamota, citrus unshiu, cálamô, e similares; extratos de abacate solúveis ou insolúveis em água, uva, semente de uva, mirra, pepino, agrião, calêndula, sambuco, gerânio, inflorescência de tília, amaranto, algas marinhas, ginkgo, ginseng, cenoura; *Impatiens balsamina*, camu camu, folha de alpina e outros extratos vegetais, como hamamélis, e misturas dos mesmos.

A composição também pode incluir uma variedade de outros ingredientes ativos que conferem benefícios adicionais à pele (incluindo-se o escalpo). Exemplos incluem agentes anti-acne, como salicílico e resorcinol; aminoácidos D e L contendo enxofre D e L e seus derivados e sais, particularmente seus derivados N-acetila; ativos anti-rugas, anti-atrofia dérmica e de reparação dérmica, como vitaminas (por exemplo, A, E e K), ésteres de alquil vitamina, minerais, magnésio, cálcio, cobre, zinco e outros componentes metálicos; ácido retinóico e ésteres e derivados como retinal e retinol, compostos da vitamina B3, alfa hidroxí ácidos, beta hidroxí ácidos, por exemplo, ácido salicílico e seus derivados; agentes de suavização da pele, como aloe vera, óleo de jojoba, derivados do ácido propiônico e acético derivados do ácido fenâmico; agentes de bronzeamento artificial, como dihidroxiacetona; tirosina; ésteres de tirosina, como tirosinato de etila e tirosinato de glucose; agentes de branqueamento da pele, como extrato de aloe e niacinamida, ácido alfa-gliceril-L-ascórbico, aminotiroxina, lactato de amônio, ácido glicólico, hidroquinona, 4 hidroxianisol, agentes de estimulação do sebo, como ácido brionólico, dehidro-epi-androsterona (DHEA) e orizano; inibidores do sebo, como hidroxí cloreto de alumínio, corticosteróides, ácido dehidroacético e seus sais, diclorofenil imidazoldioxolan (disponível em Elubiol); efeitos antioxidantes, inibição da protease; agentes de firmeza da pele, como terpolímeros de vinilpirrolidona, ácido (met)acrílico e um monômero hidrofóbico formado por (met)acrilatos de alquila de cadeia longa; agentes antioceira, como hidrocortisona, inibição do crescimento capilar metdilazina e

trimeprazina; inibidores da 5-alfa redutase; agentes que intensificam a descamação; agentes antiglicação; agentes anticaspa, como piridinetiona de zinco; promotores do crescimento capilar, como finasterida, minoxidil, análogos da vitamina D e ácido retinóico e misturas dos mesmos.

5 **DOMÍNIOS OPCIONAIS DISPERSOS NA FASE CONTÍNUA**

As barras extrudadas de acordo com a invenção podem incluir vários tipos de domínios macroscópicos opcionais em geral dotados de uma composição diferente da fase contínua que são dispersados ou distribuídos de forma uniforme ou não uniforme na fase contínua da barra. A composição dos
10 domínios pode diferir da composição da fase contínua, por exemplo, no colorante, nível e tipo de tensoativo, agentes beneficiadores, estruturantes ou matriz.

Outros domínios dispersos opcionais podem incluir uma ou uma combinação de listras ou variegações como descritos nas Patentes US
15 4.634.564, 3.673.294, 3.884.605 e 6.383.999, nacos ou partes como descrito na Patente US 6.730.642, veias, como descrito no Pedido de Patente US 2008/214430, inclusões em forma de placa, e inclusões superficiais como é descrito no Pedido de Patente US 2008/188388.

Os domínios podem ser incluídos durante a extrusão por injeção,
20 co-extrusão, dispersão e pós-extrusão por impacto da superfície.

PROPRIEDADES DO MATERIAL DE UMA MASSA EXTRUDADA

As barras de limpeza pessoal aqui descritas são massas extrudadas. Pela expressão "massa extrudada" entende-se que as barras são produzidas por um processo que envolve mistura ou trabalho intensivo da
25 massa do sabão enquanto está em um estado plástico semi-sólido, e sua transformação em uma massa coesiva pelo processo de extrusão.

A mistura intensiva pode ser realizada por uma ou mais operações unitárias conhecidas na técnica, o que pode incluir laminação por

cilindro, refino, e extrusão em estágio único ou em múltiplos estágios. Esses processos trabalham (cisalhamento) a composição em uma temperatura entre cerca de 30 °C e cerca de 50 °C para formar uma rede homogênea de materiais sólidos insolúveis dispersados em um líquido viscoso e/ou fase cristalina líquida contendo os tensoativos de ponto de fusão mais baixo e mais solúveis (por exemplo, sabões láuricos e oleicos e outros materiais solúveis em água/dispersíveis).

Uma massa extrudada deve ser termoplástica dentro da temperatura do processo de extrusão, que em geral está entre cerca de 30 °C e cerca de 45 °C, preferencialmente em uma temperatura entre cerca de 33 °C e cerca de 42 °C. Desse modo, o material deve amolecer dentro desta janela de temperatura do processo, mas permanece altamente viscosa, isto é, o material não deve amolecer excessivamente para formar uma massa pegajosa. O material deve recuperar sua estrutura e endurecer rapidamente à medida que a temperatura é reduzida abaixo de seu ponto de amolecimento. Isso significa que a estrutura interna deve ser corrigida rapidamente, de modo geral pela re-solidificação das unidades formadoras da estrutura, por exemplo, cristais.

Ademais, a massa amolecida, muito embora maleável, deve ser suficientemente viscosa para que não venha a aderir às superfícies do extrusor a fim de ser capaz de transmissão pelos parafusos do extrusor, mas não curvar excessivamente quando sair do extrusor como um tarugo. Entretanto, se a massa for demasiadamente viscosa não será capaz de extrusão em taxas razoáveis. Portanto, a dureza da massa deve estar contida nos limites da janela de temperatura do processo para estar apta às altas taxas de produção como definido acima.

Barras de limpeza pessoal formadas por extrusão (também conhecidas como sabões laminados) têm propriedades físico-químicas e uma

estrutura interna que são bem distintas dos sabões que são produzidos por um processo de moldagem por fusão, onde a composição em barra é primeiramente fundida a uma temperatura elevada (por exemplo, 70 °C) para formar uma fase líquida que é então vertida em moldes para solidificar por resfriamento quiescente.

Estas diferenças na estrutura interna, composição e características físico-químicas conferem barras de limpeza pessoal extrudadas com propriedades em uso globais que são mais bem adequadas ao mercado de massa que os sabões fundidos. Essas propriedades incluem: taxas de desgaste bem mais baixas, mais resistência à fricção e amassamento, e uma espuma opaca mais rica e mais cremosa.

As uma ou mais propriedades-chaves que servem como "impressões" características de uma massa extrudada são anisotropia estrutural, o nível de materiais com alto ponto de fusão, como sabões esteáricos, alto ponto de fusão e reversibilidade térmica, e rápida recuperação da dureza após aquecimento e cisalhamento. Essas características são brevemente descritas abaixo.

ANISOTROPIA ESTRUTURAL

As barras produzidas por extrusão tipicamente exibem uma estrutura interna anisotrópica característica com relação ao alinhamento dos cristais e à macroestrutura como um todo.

Um elemento importante da macroestrutura é a "estrutura de vela", revelada, por exemplo, por Schonig et al. na patente US 4.720.365 que é produzida na extrusora e modificada no estampador. As forças cisalhantes geradas no olhal e as forças de extensão posteriores no cone da extrusora produzem um alinhamento marcado dentro das velas e, portanto, influencia a estrutura coloidal da massa extrudada. Muito embora haja certa modificação do alinhamento após a estampagem, a barra resultante usualmente tem um

alinhamento macroscópico característico dos cristalitos e domínios em relação à superfície da barra e certa estrutura de vela residual.

A fase líquida (cristalina) gerada na temperatura de extrusão tem uma viscosidade relativamente mais baixa e espera-se que flua preferencialmente até a superfície das velas durante o estágio de compressão da extrusora.

Em contrapartida, barras moldadas por fusão têm uma estrutura isotrópica predominantemente, pois a cristalização ocorre durante o resfriamento quiescente e, portanto, o alinhamento dos cristais é mínimo e não há estrutura de vela.

As diferenças na estrutura interna entre barras extrudadas e moldadas por fusão podem ser visualizadas por um simples procedimento de extração de etanol. Neste procedimento as barras são raspadas, por exemplo, com uma plaina ou bandolim para revelar as superfícies internas (as barras podem ser raspadas em várias direções ortogonais). Essas seções raspadas são então imersas em álcool anidro. Após remoção do álcool, deixa-se secar de pé as barras e como consequência disso, um padrão de pequenas fraturas torna-se aparente. Essas fraturas são indicativas da microestrutura orientada da barra. O álcool extrai os sabões mais solúveis nas barras extrudadas, expondo desta forma a interface da estrutura de vela e as linhas de escoamento. Nas barras moldadas por fusão as linhas de escoamento e a estrutura de vela estão ausentes e fraturas finas são bem menos pronunciadas ou ausentes após emersão do álcool.

NÍVEL DE MATERIAIS COM ALTO PONTO DE FUSÃO

Para obter as propriedades reológicas necessárias à laminação e extrusão, uma massa extrudada deve ter um nível suficiente de partículas sólidas para estruturar adequadamente a massa na temperatura de processo, isto é, a barra contém materiais cujo ponto de fusão está acima da temperatura

de extrusão.

Para barras que estão compreendidas predominantemente de sabão, esses sólidos de ponto de fusão elevado são fornecidos pelo menos em parte pelos sabões esteáricos que incluem os sabões saturados C_{16} e C_{18} .

5 O nível de sólidos com ponto de fusão elevado (por exemplo, ponto de fusão maior que a temperatura de extrusão) encontrado nas barras extrudadas é em geral maior que 20%, e tipicamente maior que 30% com base no nível total de sabão de ácido graxo presente na fase contínua. Para as composições da presente invenção que consistem predominantemente de
10 sabões, o nível de sabões esteáricos está geralmente entre cerca de 25% e cerca de 60%, preferencialmente entre 30% a cerca de 45% com base no peso total do sabão de ácido graxo. Outras fontes de partículas sólidas também estão presentes nas barras aqui descritas.

PONTO DE FUSÃO E REVERSIBILIDADE TÉRMICA

15 Devido à presença de sólidos com ponto de fusão significativamente elevado (por exemplo, sabões ricos em esteáricos) e os níveis mais baixos de líquidos em relação aos sabões fundidos, massas extrudadas têm pontos de fusão que em geral estão acima de 80 °C, tipicamente acima de 90 °C e usualmente acima de 100 °C. Em contrapartida,
20 sabões fundidos geralmente fundem à temperatura entre 70 °C e 80 °C.

Ademais, uma massa extrudada recupera sua estrutura e endurece rapidamente à medida que sua temperatura é reduzida abaixo de seu ponto de amolecimento. Isso significa que a estrutura interna é recuperada rapidamente, em geral pela re-solidificação das unidades formadoras da
25 estrutura, por exemplo, cristais de sabão. Esta rápida re-solidificação é em geral observada como reversibilidade térmica em calorimetria diferencial de varredura (DSC). Pela expressão reversibilidade térmica entende-se que oscilações de temperatura crescente e decrescente tendem a ser sobrepostas,

apesar de contrabalançadas por uma diferença de temperatura característica da composição. Em contrapartida, sabões fundidos demandam períodos de tempo muito mais longos para recuperar as unidades estruturais sólidas e exibem reversibilidade térmica mais baixa, por exemplo, oscilações de temperatura crescente e decrescente não são sobrepostas ou são contrabalançadas por temperaturas muito maiores do que é encontrada com uma massa.

RECUPERAÇÃO DA DUREZA APÓS AQUECIMENTO E CISALHAMENTO

Uma massa extrudada deve amolecer quando é aquecida à temperatura de extrusão de processo, que está tipicamente na faixa de cerca de 35 °C a cerca de 45 °C.

Entretanto, nesta temperatura deve preservar dureza suficiente. Foi constatado experimentalmente que para obter as taxas de produção desejadas, a dureza da massa deve ser geralmente de pelo menos cerca de 3 kg, preferencialmente pelo menos 4 kg, mas em geral não maior que cerca de 8 kg, preferencialmente entre 4,5 kg e 6,5 kg quando medida pelo Teste de Penetração de Dureza descrito na seção de METODOLOGIA DE TESTE, sendo a dita medição realizada em uma temperatura na faixa de cerca de 40 °C.

Uma massa extrudada também permanece coesiva após ter sido submetida ao cisalhamento na temperatura de extrusão sem exibir maleabilidade ou pegajosidade excessiva. Pela expressão "permanecer coesiva" entende-se que, quando compactada sob pressão a massa deve ser capaz de sinterizar em conjunto para formar uma única unidade coesiva que possui integridade mecânica.

Finalmente, constatou-se que uma massa extrudada rapidamente recupera sua tensão de escoamento (como medida por sua dureza de penetrômetro) quando é submetida ao cisalhamento na temperatura de extrusão (por exemplo, 40 °C) e permitido o resfriamento. Por exemplo, quando

o extrudado é resfriado após extrusão a 25 °C, a massa deve recuperar pelo menos cerca de 75%, preferencialmente pelo menos cerca de 85% e mais preferencialmente pelo menos cerca de 95% da dureza inicial antes de submetido ao cisalhamento, por exemplo, por extrusão através de um extrusor de "orifício".

A influência do cisalhamento na coesividade, pegajosidade, maleabilidade e recuperação da tensão de escoamento pode ser avaliada utilizando um extrusor de "orifício" que fornece um fluxo de extensão controlada similar ao encontrado pela massa durante a extrusão através de um olhal. Este dispositivo compreende um cilindro encamisado térmico (por exemplo, 350 mm de comprimento por 90 mm de diâmetro) finalizando em uma abertura estreita (tipicamente 2-4 mm) e um êmbolo que é acoplado a uma unidade de acionamento, por exemplo, o Testador Mecânico Instron. O êmbolo força a massa através do orifício para formar um extrudado. O extrudado pode ser avaliado na temperatura de processo.

O extrudado pode ser colocado no cilindro do extrusor de orifício, comprimido sob diferentes cargas e removido para determinar sua coesividade ou extensão de coesão, sua pegajosidade e sua capacidade de recuperar sua dureza após ter sido submetido a cisalhamento na temperatura de extrusão (por exemplo, 40 °C) e resfriado (por exemplo, 25 °C).

Com base nos critérios de capacidade de extrusão acima, as denominadas composições de fundir e verter como aquelas utilizadas na fabricação de sabões de glicerina que exigem o derretimento em moldes para formar barras não são massas extrudáveis quando elas são inicialmente formadas a partir da fusão e não são adequadas. Portanto, após uma composição moldada por fusão ser fundida e solidificada em um molde por várias horas, a composição não forma uma massa coesiva não pegajosa após extrusão através de um extrusor de orifício e o extrudado não exibe a

recuperação de dureza necessária após o resfriamento.

Além da condição de ser adequada para extrusão, a massa de barra também deve ser suficientemente dura para ser estampada com matrizes de produção de sabão convencionais. O processo de estampagem envolve

5 posicionar um tarugo ou lingote da massa extrudada em um molde fendido formado, em geral, por duas metades móveis (as matrizes). Essas matrizes quando fechadas comprimem o tarugo ("estampam" o tarugo), espremendo o excesso de massa e definindo a forma final da barra. As metades do molde se encontram em uma linha de separação que passa a ser visível como uma linha

10 no período da borda da barra moldada acabada (barra estampada). Portanto, a barra de limpeza pessoal estampada pode ser caracterizada como compreendendo faces estampadas de fundo e de topo que se encontram em uma linha de separação.

A experiência demonstra que a estampagem pode ser obtida

15 garantindo que um tarugo extrudado da massa da barra (também denominado lingote) tenha uma dureza mínima de pelo menos cerca de 3,0 kg na temperatura de estampagem que está tipicamente na faixa de 25 °C a 45 °C.

As uma ou mais características chaves de uma massa extrudada são sintetizadas abaixo.

20

TABELA 3

PROPRIEDADES DAS COMPOSIÇÕES ADEQUADAS PARA EXTRUSÃO

PROPRIEDADE CARACTERÍSTICA	MASSA EXTRUDÁVEL	SABÃO FUNDIDO
Anisotropia estrutural	Cristais alinhados Linhas de escoamento distintas / estrutura de vela evidente como pequenas fraturas formadas após emersão do álcool	Orientação dos cristais geralmente aleatória Ausência de estrutura de vela. Ausência de linhas sistemáticas ou proeminentes ou fraturas evidentes após emersão do álcool
Níveis de sabões ricos em esteáricos (sabões C ₁₆ /C ₁₈)	20% a cerca de 55% com base no peso total do sabão	Geralmente inferior a 15% ou ausente

PROPRIEDADE CARACTERÍSTICA	MASSA EXTRUDÁVEL	SABÃO FUNDIDO
Ponto de fusão / Características térmicas	Ponto de fusão acima de 80°C, tipicamente acima de 90 °C e usualmente acima de 100 °C. Grau relativamente alto de reversibilidade térmica (DSC)	Ponto de fusão de 70 °C a 80°C. Grau relativamente baixo de reversibilidade térmica
Recuperação da dureza após aquecimento e cisalhamento	Recupera no mínimo cerca de 75%, preferencialmente no mínimo cerca de 85% e mais preferencialmente no mínimo cerca de 95% de sua dureza inicial antes do cisalhamento. Forma massas coesivas após cisalhamento de extensão (Extrusor de Orifício)	Após fusão e moldagem baixa recuperação da dureza do éter após cisalhamento e/ou ausência de formação de massa coesiva após cisalhamento (amolecimento ou fratura excessiva)

METODOLOGIA DE TESTE

PROPRIEDADES REOLÓGICAS (DUREZA E TENSÃO DE ESCOAMENTO)

As propriedades gerais de uma massa extrudável foram discutidas acima. Entretanto, para que uma composição de sabão seja capaz de ser extrudada e estampada em altas velocidades é preciso que suas propriedades reológicas atendam determinados critérios. Especificamente a dureza da massa e sua tensão de escoamento devem estar contidas em certos limites.

Uma variedade de métodos é conhecida na técnica para medir a dureza e a tensão de escoamento de sólidos maleáveis, como sabões para asseio pessoal. A técnica utilizada no presente trabalho é o Teste de Penetração, o qual mede a penetração de uma agulha ou bastonete afunilado sob carga. A distância percorrida (penetração da agulha na massa de teste) sob uma carga constante ou a carga necessária para produzir uma dada distância de penetração podem ser medidas. No método de teste usado no presente trabalho, a abordagem da última medição é empregada, isto é, carga variável para obter um comprimento de penetração fixo.

Muito embora a invenção seja descrita pelos parâmetros que são

medidos pelo Teste de Penetração, vários outros métodos reológicos podem ser usados e correlacionados entre si com os métodos aqui utilizados.

As medições de penetração da dureza foram realizadas usando barras de sabão de asseio pessoal acabadas usando o Analisador de Textura TA-XT Plus fornecido por Stable Micro Systems.

Os parâmetros reológicos das barras acabadas foram determinados medindo o peso necessário para que a sonda de teste penetre a amostra a uma distância de 15 mm (vide a Tabela abaixo). A sonda de teste cônica a 30° é produzida em aço inoxidável X2 e as dimensões são: Comprimento, 60,4 mm; Diâmetro 30 mm. Os parâmetros do instrumento usados nas análises de dureza com TA-XT Express são dados na Tabela abaixo.

TABELA 4

Parâmetros	Valor
Capacidade da célula de carga (kg)	10
Pré-velocidade (mm/s)	2
Velocidade de retorno (mm/s)	10
Ângulo da Sonda Cônica (°)	30
Força de acionamento (g)	5
Velocidade de teste (mm/s)	1
Distância da penetração (mm)	15

O Analisador de Textura TA-XT Plus permite várias velocidades de sonda pré-estabelecidas. Nos exemplos aqui descritos, os parâmetros reológicos, salvo a dureza, foram realizados em várias velocidades (mínima 10), variando de 0,01 a 10 mm/seg e as forças medidas em conformidade. As tensões de cisalhamento e as taxas de cisalhamento foram calculadas e gráficos reológicos construídos. Os parâmetros reológicos foram finalmente calculados por quadrados mínimos utilizando a equação de Herschel-Bulkley:

$$\sigma = \sigma_0 + \kappa \dot{\gamma}^n$$

onde σ é a tensão de cisalhamento, σ_0 é a tensão de

escoamento, K representa o índice de consistência, n é o índice de fluxo e γ é a taxa de cisalhamento.

A pegajosidade foi medida usando o Medidor de Textura TA-XT Plus usando o modo de compressão e obtendo a leitura do pico quando a sonda cônica de 45° saiu da amostra. Os outros parâmetros foram: distância de penetração 10 mm, velocidade de pré-teste (10 mm.s⁻¹), velocidade de teste (1 mm.s⁻¹), e velocidade pós-teste (10 mm.s⁻¹). As composições de sabão em barra adequadas para a presente invenção devem ter uma tensão de escoamento e dureza de penetrômetro (ou simplesmente "dureza") contidas nas faixas adiante:

Tensão de escoamento: de 350 a 2000 kPa quando medida a uma temperatura de 40 °C, preferencialmente de 500 a 1000 kPa.

Dureza: de 3 a 8 kg quando medida a uma temperatura de 40 °C, preferencialmente de 4,5 kg a 6,5 kg

As propriedades reológicas de uma composição termoplástica de sabão não dependem apenas da composição de sabão (por exemplo, razão de oleicos em relação a láuricos), do sistema estruturante e do teor de água, mas também dos ingredientes opcionais que são incluídos na composição em barra. Por exemplo, a inclusão de quantidades excessivas de emolientes com baixo ponto de fusão, por exemplo, óleo mineral e/ou tensoativos não iônicos líquidos, pode levar ao amolecimento excessivo da composição em barra em temperaturas dentro da janela do processo de extrusão. Por outro lado, a inclusão de níveis excessivos de eletrólito(s) ou material particulado pode produzir uma massa que seja altamente frágil e não coesiva.

As medições da tensão de escoamento e dureza fornecem um meio para determinar se ingredientes opcionais particulares nos níveis contemplados podem ser incluídos na composição em barra sem comprometer excessivamente as taxas de extrusão e estampagem da composição. Desse

modo, ingredientes opcionais podem ser incorporados na composição de fase contínua, desde que a massa tenha uma dureza de penetrômetro de 3 a 8 kg e uma tensão de escoamento de 350 a 2000 kPa medidas a uma temperatura de entre 35 e 45, preferencialmente em torno de 40 °C.

5

TESTE DA TAXA DE DESGASTE

A taxa de desgaste da barra foi medida pelo procedimento a seguir. Quatro amostras pesadas de cada barra de teste são colocadas sobre bandejas de sabão. Dois tipos de bandejas de sabão são empregados: aquelas que têm drenos ou grelhas ressaltadas para que a água deixada sobre a barra após o enxague seja drenada; e desprovidas de drenos para que a água possa ser adicionada à bandeja e permitir que as barras fiquem "encharcadas". As bandejas são codificadas da seguinte forma:

	<u>Com drenos?</u>	<u>Temperatura de lavagem (°C)</u>
	Sim	25
15	Sim	40
	Não	25
	Não	40

10 ml de água destilada (temperatura ambiente) são vertidos na bandeja não drenada (25 °C e 40 °C).

20

Cada tablete de sabão é tratado da seguinte forma:

- Abastecer a vasilha de lavagem com cerca de 5 litros de água, na temperatura desejada (20 °C ou 40 °C).

- Marcar o tablete para identificar a face de topo (por exemplo, faça um pequeno furo com uma agulha).

25

- Usando luvas à prova d'água, imergir o tablete na água, e girar 15 vezes (180° a cada vez) nas mãos acima da água.

- Repetir a etapa acima

- Imergir brevemente o tablete na água para remover a espuma.

- Posicionar o tablete de volta em sua bandeja de sabão, garantindo que a face oposta seja a mais alta (isto é, a face não marcada).

O procedimento acima é executado 6 vezes por dia por 4 dias consecutivos, em intervalos uniformemente espaçados durante cada dia. A face alternada de cada barra é colocada em posição voltada para baixo (voltada para o fundo da bandeja) após cada lavagem com jato. Entre lavagens com jato as bandejas de sabão devem permanecer abertas sobre uma bancada aberta ou quadro de drenagem, em condições ambientes. Após cada ciclo de lavagem com jato, a posição de cada bandeja de sabão/tablete é modificada para minimizar a variabilidade nas condições de secagem.

Ao término de cada dia, cada bandeja de sabão com dreno é enxaguada e seca. As bandejas de sabão sem drenos são reabastecidas com 10 ml de água destilada (temperatura ambiente). Após a última lavagem com jato (quarto dia), todas as bandejas de sabão são enxaguadas e secas. Cada barra lavada é colocada em sua bandeja e deixa-se secar por um período de até 9 dias. Na tarde do 5º dia, as amostras são giradas de modo que ambos os lados do tablete secam. No 8º dia, cada tablete é pesado.

A taxa de desgaste é definida como a perda de peso percentual da seguinte forma:

$$\% \text{ de Desgaste} = \frac{(\text{peso inicial} - \text{peso final}) * 100}{\text{peso inicial}}$$

20

TESTE DE VISCOSIDADE DA BARRA

A viscosidade é uma pasta ou gel de sabão e água, formado quando o sabão é deixado em contato com a água, como em uma saboneteira. Os componentes solúveis do sabão migram para a solução, e a água é absorvida pelo sabão sólido remanescente causando dilatação, e para a maior parte dos sabões, também a recristalização. A natureza da viscosidade depende do equilíbrio destas ações de solução e absorção. A presença de um alto nível

de viscosidade é indesejável não apenas porque confere uma sensação e aparência desagradáveis ao sabão, mas ainda especialmente em razão de a viscosidade separar-se da barra e sujar a pia. A viscosidade residual ou resíduo de sabão é um conhecido ponto negativo para o consumidor.

5 O Teste de Imersão de Viscosidade aqui descrito fornece um valor numérico para a quantidade de viscosidade formada na barra. O teste é realizado da seguinte forma:

Um tarugo retangular do tablete de sabão tablete é cortado nas dimensões exigidas usando um plaina, faca ou serra de corte. A largura e a
10 profundidade do tarugo cortado são medidas com precisão (+/- 0,1 cm). Uma linha desenhada ao longo de 5 cm do tarugo a partir do fundo do tarugo. Esta linha representa a profundidade de imersão.

O tarugo é fixado a um suporte de amostra e suspenso em um béquer vazio. Água desmineralizada (ou destilada) 20 °C é adicionada ao béquer
15 até que o nível de água atinja a marca de 5 cm no tarugo. O béquer é colocado em um banho de água a 20 °C (+/- 0,5 °C) e deixado por exatamente 2 horas.

O suporte para sabão + tarugo é removido, a água esvaziada do béquer, e o suporte para sabão + tarugo é reposicionado no béquer por 1 minuto para que o excesso de água possa drenar. A água externa é extraída, o
20 tarugo é removido do suporte de sabão, e o peso do tarugo que permanece em sua extremidade seca é registrado (W_R).

Toda a viscosidade de todas as 5 faces do tarugo é cuidadosamente raspada, e quaisquer traços remanescentes da viscosidade são removidos através da limpeza suave com um tecido. O peso do tarugo
25 dentro dos 5 minutos de raspagem é registrado (W_R).

O valor quantitativo da viscosidade é calculado da seguinte forma:

$$\text{Viscosidade (g / 50 cm}^2\text{)} = \frac{W_M - W_r}{A} \times 50$$

A

onde A é a área da superfície:

Área da superfície (cm²) = A = 10 (largura + espessura) + (largura x espessura)

TESTE DE FRATURA ACELERADA DA BARRA

5 O potencial de fratura em uso das barras é avaliado lavando as barras de forma controlada 6 vezes por dia por 4 dias, armazenando as barras entre lavagens sob diferentes condições para simular diferentes hábitos do consumidor e em seguida deixando as barras secarem por diferentes períodos de tempo para induzir a fratura. O procedimento é o seguinte:

10 Quatro pesadas de cada barra de teste são posicionadas sobre bandejas de sabão em arranjo idêntico ao descrito acima no Teste da Taxa de Desgaste. 10 ml de água destilada (temperatura ambiente) são despejados em uma bandeja não drenada (25 °C e 40 °C).

Cada tablete de sabão é então tratado de forma idêntica à
15 descrita acima para o Teste da Taxa de Desgaste.

Após a última lavagem com jato (4º dia), todas as bandejas de sabão são enxaguadas e secas e cada barra lavada é colocada em sua bandeja e deixa-se secar por um período de até 9 dias.

Uma avaliação subjetiva do grau de fratura é realizada em cada
20 barra. Alguma fratura pode ocorrer durante o 5 primeiros dias do teste, mas para sensibilidade e realismo máximos é melhor avaliar a fratura após secagem (isto é, no 8º ou 9º dia).

Um avaliador treinado examina os tabletes e registra
separadamente o grau de fratura em cada uma das seguintes áreas: as duas
25 faces – todos os tipos de tabletes; as duas extremidades – tabletes do tipo banda; os dois lados – periferia dos tabletes do tipo banda – tabletes da matriz de capacidade.

O grau de fratura é classificado usando a escala de 0-5 a seguir:

0 – Ausência de fratura

1 – Fratura pequena e rasa:

2 – Fratura pequena e de média profundidade:

3 – Fratura média e profunda:

5 4 – Fratura grande e profunda:

5 – Fratura muito grande e muito profunda:

É vantajoso usar padrões fotográficos representando cada uma dessas classificações, produzidos a partir de amostras típicas do sabão local. Isso confere maior consistência de avaliação entre técnicos.

10

EXEMPLOS

Os exemplos não limitantes a seguir ilustram vários aspectos da invenção e realizações preferenciais. Os exemplos da invenção são designados com o prefixo "E", enquanto os exemplos comparativos são designados com o prefixo "C".

15

EXEMPLOS 1-3

Esses exemplos ilustram composições em barra exemplificativas de acordo com a invenção.

As composições utilizadas para preparar as barras de limpeza pessoal dos exemplos Ex 1 - Ex 3 são descritas na Tabela 5 e contêm cerca de 20 33-43% de sabão (cerca de 30-40% TFM). Os Ex1 e Ex2 incluem amido (amido de milho nativo) como polissacarídeo, enquanto o Ex3 está baseado na celulose (microcristalina). As barras e composições de fase contínua foram preparadas em uma escala fabril piloto usando equipamentos convencionais utilizados na fabricação de sabão extrudado. Em suma, as composições foram 25 preparadas combinando a massa base de sabão com os ingredientes remanescentes na Tabela 5 em um misturador de lâmina do tipo Z e passando a mistura através de um laminador de 3 cilindros e um refinador.

As composições da massa base do sabão são dadas na segunda

fileira da Tabela e consistiam de uma mistura de ácidos graxos derivados de óleo de palmiste (PKO – sabão rico em láuricos) e uma mistura derivada de óleo de palma (PO) e estearina de palma (POS), fontes de sabões ricos em esteáricos e oleicos, usando as razões ponderais descritas na Tabela.

5 As composições processadas desta forma foram adicionadas à tremonha de um extrusor de dois estágios e extrudadas a uma temperatura de 35 °C a 45 °C a uma taxa de extrusão de 1,2 – 4,0 kg/min através de um olhal com seção transversal de 3,5 x 3,5 cm para formar tarugos que foram cortados com comprimentos aproximados de 12 cm. Os tarugos foram então transferidos
10 a uma estampadora de sabão manual e estampados para formar a barra de limpeza pessoal acabada utilizando um conjunto de matriz definindo um molde com um volume de aproximadamente 79 a 80 cm³.

As propriedades do usuário físicas e gerais estão incluídas na parte inferior da Tabela 5.

15 O poliol usado nesses exemplos foi a glicerina e nenhum material particulado insolúvel foi usado no sistema estruturante.

Os valores limitantes para a razão de sabões oleicos para sabões láuricos, R_{OL} , computados a partir da Equação 1 e razão de amido/políol ou razão de celulose/políol, R_{sp} computadas a partir da Equação 2 são dados na Tabela.

20 A segunda coluna a partir da esquerda sob propriedades físicas fornece a "faixa ideal" para essas propriedades a fim de obter uma barra que combine excelente fabricabilidade (extrusão de alto rendimento e estampagem em escala comercial) e propriedades gerais em uso altamente aceitáveis.

Os resultados na Tabela 5 indicam que composições
25 exemplificativas têm uma razão de sabões Oleicos para sabões Láuricos, R_{OL} e uma razão amido (ou celulose) para políol, R_{sp} que estão dentro dos limites exigidos pelas Equação (1) e (2) no nível de sabão empregado em cada composição, observando-se os limites de erro nos valores marginais, como

descrito acima. As composições não apenas exibem dureza e tensão de escoamento que permite um alto rendimento de fabricação (por exemplo, 36 kg por minuto), mas também conferem excelentes propriedades em uso como julgado a partir dos valores aceitavelmente baixos de fratura da barra, taxa de desgaste e viscosidade.

TABELA 5**COMPOSIÇÕES DE SABÃO DOS EXEMPLOS 1-3 (TFM)**

INGREDIENTES		Ex1	Ex2	Ex3
SABÃO	Carga de Gordura do Sabão	65/20/15 PO/POS/PKO	45/40/10 PO/POS/PKO	40/40/20 PO/POS/PKO
	Sabões Oleicos	42,0	40,0	38
	Sabões Láuricos	10,0	7,5	13
	Sabão Total	33,54	37,54	33,54
Amido (amido de milho)		33,0	30,0	
Celulose (microcristalina)				27,5
Poliol-Glicerina		12,0	10,0	17,5
Material particulado insolúvel		-	-	-
Agentes secundários		6,46	6,46	6,46
Água		Até 100	Até 100	Até 100
Razão de Amido ou Celulose/Poliol (Rsp)		2,75	3,0	1,57
Razão oleicos/Láuricos (R _{OL})		4,2	5,33	2,92
R _{OL} da Eq 1		7,3	8,3	7,3
Rsp da Eq 2 ou Eq 2A		0,8 a 3,1	1,5 a 2,6	0,8 a 3,1
TFM		30%	35%	31%
PROPRIEDADES FÍSICAS	VALORES IDEAIS			
Dureza @ 40C	3,0 - 8,0	7	6	4
Tensão de Escoamento 40C	> 350	754	699	500
Rendimento da Extrusão	Alto	Alto	Alto	Alto
Nível de Fratura (0-5)	0 – 3	3	3	3
Taxa de Desgaste (%)	< 50	48	45	49
Objetivo de Viscosidade (g/50cm ²)	≤ 19	19	19	19

EXEMPLO 4 E EXEMPLOS COMPARATIVOS 1-3 (25% TFM)

As composições usadas para preparar as barras de limpeza

5 pessoal do exemplo Ex 4 e exemplos comparativos C1-C3 são mostradas na Tabela 6 e contêm cerca de 27% de sabão (25% TFM). As barras foram preparadas de acordo com os métodos descritos nos Exemplos 1-3. A organização e a forma da Tabela 6 e os significados dos vários parâmetros são idênticos aos descritos acima nos Exemplos 1-3.

O primeiro ponto a ser observado na Tabela 6 é que apenas a composição do Ex 4 tem tanto uma razão de sabões Oleicos para sabões Láuricos quanto uma razão amido para poliol dentro dos limites exigidos pelas Equação 1 e 2 neste nível de TFM. Esta composição não apenas confere a 10 dureza e tensão de escoamento que permitem um alto rendimento de fabricação (por exemplo, 36 kg por minuto), mas também confere excelentes propriedades em uso como julgado a partir dos valores aceitavelmente baixos de fratura da barra, taxa de desgaste e viscosidade.

Em contrapartida, a composição comparativa C1 a C3 que tem 15 uma ou as duas razões críticas fora das faixas exigidas, não proporciona barras que permitam uma extrusão de alto rendimento e/ou tenham propriedades em uso ideais.

Por exemplo, a composição do exemplo comparativo C3, apesar de capaz de ser processada em alta velocidade, produz barras que possuem 20 uma porcentagem de taxa de desgaste de cerca de 56 e um valor de viscosidade objetivo de 21 g/50 cm². Ambos esses valores estão em excesso em relação aos valores máximos requeridos para alta aceitação do consumidor.

TABELA 6

COMPOSIÇÕES DE SABÃO CONTENDO APROXIMADAMENTE 25% DE MATÉRIA GRAXA

25

TOTAL (TFM)

INGREDIENTES		C1	C2	C3	EX4
SABÃO	Carga de Gordura do Sabão	60/40 PO/PKO	90/10 PO/PKO	90/10 PO/PKO	45/45/10 PO/POS/PKO
	Sabões Oleicos	37,00	47,00	47,00	40,00
	Sabões Láuricos	25,00	7,00	7,00	7,5

INGREDIENTES		C1	C2	C3	EX4
Sabão Total		26,54	27,54	27,54	27,54
Amido		23,00	24,00	28,00	28,00
Poliol-Glicerina		22,00	21,00	17,00	17,00
Cargas (Talco)		5,00	5,00	5,00	5,00
Agentes secundários		6,46	6,46	6,46	6,46
Água		Até 100	Até 100	Até 100	Até 100
Razão de Amido/Poliol (Rsp)		1,05	1,14	1,65	1,65
Razão oleicos/Láuricos (R _{OL})		1,48	6,71	6,71	5,33
R _{OL} da Eq 1		5,5	5,8	5,8	5,8
Rsp da Eq 2		1,6 a 3,7	1,5 a 3,6	1,5 a 3,6	1,5 a 3,6
TFM		24,57	25,50	25,50	25,50
PROPRIEDADES FÍSICAS	VALORES IDEAIS				
Dureza @ 40C	3,0 - 8,0	2	2	4	6
Tensão de Escoamento 40C	> 350	347	380	511	736
Rendimento da Extrusão	Alto	Baixo	Baixo	Alto	Alto
Nível de Fratura (0-5)	0 - 3	4	3	4	3
Taxa de Desgaste (%)	< 50	59	59	56	49
Objetivo de Viscosidade (g/50cm ²)	≤ 19	21	21	21	19

EXEMPLO 5 E EXEMPLOS COMPARATIVOS 4-6 (35% DE TFM)

As composições do exemplo Ex 5 e exemplos comparativos C4-C6 são descritos na Tabela 7 e correspondem às barras contendo 37,5% de sabão em peso (35% TFM). As barras foram preparadas de acordo com os métodos usados na produção das barras dos Exemplos 1-3. A organização e forma da Tabela 7 e os significados dos vários parâmetros são idênticos aos descritos acima nos Exemplos 1-3.

O primeiro ponto a ser observado na Tabela 7 é que apenas a composição do Ex 5 tem uma razão de sabão Oleico para sabão Láurico (R_{OL}) e uma razão amido para poliol (Rsp) dentro dos limites exigidos pelas Equações 1 e 2 no teor de sabão empregado. Esta composição não apenas confere dureza e tensão de escoamento que permitem um alto rendimento de

fabricação (por exemplo, 36 kg por minuto), mas também confere excelentes propriedades em uso como julgado a partir dos valores aceitavelmente baixos de fratura da barra, taxa de desgaste e viscosidade.

- Em contrapartida, a composição comparativa C4 a C6 que tem uma ou as duas razões fora das faixas ideais, não proporcionam barras que permitam extrusão de alto rendimento e/ou que tenham propriedades em uso ideais.

TABELA 7

COMPOSIÇÕES DE SABÃO CONTENDO APROXIMADAMENTE 35% DE MATÉRIA GRAXA

TOTAL (TFM)

INGREDIENTES		C4	C5	C6	EX5
SABÃO	Carga de Gordura do Sabão	65/20/15 PO/POS/PKO	83/10/07 PO/POS/PKO	83/10/07 PO/POS/PKO	45/45/10 PO/POS/PKO
	Sabões Oleicos	42,0	45,0	45,0	40,00
	Sabões Láuricos	10,0	5,30	5,30	7,50
Sabão Total		37,5	37,5	37,5	37,5
Amido		10,0	10,0	15,0	15,0
Poliol-Glicerina		25,0	25,0	20,0	20,0
Cargas (Talco)		5,00	5,00	5,00	5,00
Agentes secundários		6,46	6,46	6,46	6,46
Água		Até 100	Até 100	Até 100	Até 100
Razão de Amido/Poliol (Rsp)		0,40	0,40	0,75	0,75
Razão oleicos/Láuricos (R _{OL})		4,20	8,49	8,49	5,33
R _{OL} da Eq 1		8,3	8,3	8,3	8,3
Rsp da Eq 2		0,5 a 2,7	0,5 a 2,7	0,5 a 2,7	0,5 a 2,7
TFM		34,76	34,76	34,76	34,76
PROPRIEDADES FÍSICAS	VALORES IDEAIS				
Dureza @ 40C	3,0 - 8,0	2	2	3	3
Tensão de Escoamento 40C	> 350	< 200	< 200	304	360
Rendimento da Extrusão	Alto	Baixo	Baixo	Baixo	Alto
Nível de Fratura (0-5)	0 – 3	3	3	3	3
Taxa de Desgaste (%)	< 50	52	52	50	49
Objetivo de Viscosidade (g/50cm ²)	≤ 19	19	19	20	19

EXEMPLO 6 E EXEMPLOS COMPARATIVOS 7-9 (40% TFM)

As composições do exemplo Ex 6 e exemplos comparativos C7-C9 são descritos na Tabela 8 e contêm cerca de 42% de sabão em peso (40% TFM). As barras foram preparadas de acordo com os métodos usados na produção das barras dos Exemplos 1-3. A organização e forma da Tabela 8 e os significados dos vários parâmetros são idênticos aos descritos acima nos Exemplos 1-3.

A composição do Ex 6 tem uma razão de sabão Oleico para sabão Láurico (R_{OL}) e uma razão amido para poliol (R_{ps}) dentro dos limites exigidos pelas Equações 1 e 2 no teor de sabão total empregado. Esta composição não apenas confere dureza e tensão de escoamento que permitem um alto rendimento de fabricação (por exemplo, 36 kg por minuto), mas também confere excelentes propriedades em uso como julgado a partir dos valores aceitavelmente baixos de fratura da barra, taxa de desgaste e viscosidade.

Em contrapartida, a composição comparativa C7 a C9 que tem uma ou as duas razões fora das faixas ideais, não proporcionam barras que permitam extrusão de alto rendimento e/ou que tenham propriedades em uso ideais.

TABELA 8

COMPOSIÇÕES DE SABÃO CONTENDO APROXIMADAMENTE 40% DA MATÉRIA GRAXA

<u>TOTAL (TFM)</u>					
INGREDIENTES		C7	C8	C9	EX6
SABÃO	Carga de Gordura do Sabão	83/10/07 PO/POS/PKO	95/05 PO/PKO	95/05 PO/PKO	45/45/10 PO/POS/PKO
	Sabões Oleicos	45,0	48,0	48,0	40,00
	Sabões Láuricos	5,30	4,00	4,00	7,50
Sabão Total		42,54	42,54	42,54	42,54
Amido		10,0	10,0	12,0	12,0
Políol-Glicerina		22,0	22,0	18,0	18,0

INGREDIENTES		C7	C8	C9	EX6
Cargas (Talco)		5,00	5,00	5,00	5,00
Agentes secundários		6,46	6,46	6,46	6,46
Água		Até 100	Até 100	Até 100	Até 100
Razão de Amido/Poliol (Rsp)		0,45	0,45	0,67	0,67
Razão oleicos/Láuricos (R _{OL})		8,49	12,0	12,0	5,33
R _{OL} da Eq 1		9,5	9,5	9,5	9,5
Rsp da Eq 2		0,4 a 2,3	0,4 a 2,3	0,4 a 2,3	0,4 a 2,3
TFM		39,39	39,39	39,39	39,39
PROPRIEDADES FÍSICAS	VALORES IDEAIS				
Dureza @ 40C	3,0 - 8,0	3	3	3	3
Tensão de Escoamento 40C	> 350	290	278	290	351
Rendimento da Extrusão	Alto	Baixo	Baixo	Baixo	Alto
Nível de Fratura (0-5)	0 - 3	3	3	3	3
Taxa de Desgaste (%)	< 50	49	49	48	46
Objetivo de Viscosidade (g/50cm²)	≤ 19	20	21	20	18

EXEMPLO 7 E EXEMPLOS COMPARATIVOS 10-12 (20% DE TFM)

As composições do exemplo Ex 7 e exemplos comparativos C10-C12 são descritos na Tabela 9 e contêm cerca de 22.5% de sabão em peso (20% de TFM). As barras foram preparadas de acordo com os métodos usados na produção das barras dos Exemplos 1 - 3. A organização e forma da Tabela 9 e os significados dos vários parâmetros são idênticos aos descritos acima nos Exemplos 1-3.

A composição do Ex 7 tem uma razão de sabão Oleico para sabão Láurico (R_{OL}) e uma razão amido para polioliol (Rsp) dentro dos limites exigidos pelas Equações 1 e 2 no teor de sabão empregado. Esta composição não apenas confere dureza e tensão de escoamento que permitem um alto rendimento de fabricação (por exemplo, 36 kg por minuto), mas também confere valores

aceitavelmente baixos de fratura da barra, taxa de desgaste e viscosidade.

Em contrapartida, a composição comparativa C₁₀ a C₁₂ que tem uma ou as duas razões fora das faixas ideais, não proporcionam barras que permitam extrusão de alto rendimento e/ou que tenham propriedades em uso ideais.

5

TABELA 9**COMPOSIÇÕES DE SABÃO CONTENDO APROXIMADAMENTE 20% DA MATÉRIA GRAXA**

		TOTAL (TFM)			
INGREDIENTES		C10	C11	C12	EX7
SABÃO	Carga de Gordura do Sabão	70/15/15 PO/POS/PKO	45/45/10 PO/POS/PKO	45/45/10 PO/POS/PKO	45/45/10 PO/POK
	Sabões Oleicos	42,0	40,0	40,0	37,00
	Sabões Láuricos	10,0	7,5	7,5	25,0
Sabão Total		22,54	22,54	22,54	22,54
Amido		30,0	25,0	36,0	40,0
Poliol-Glicerina		20,0	25,0	14,0	10,0
Cargas (Talco)		5,00	5,00	5,00	5,00
Agentes secundários		6,46	6,46	6,46	6,46
Água		Até 100	Até 100	Até 100	Até 100
Razão de Amido/Poliol (R _{sp})		1,50	1,0	2,57	4,0
Razão oleicos/Láuricos (R _{OL})		4,05	5,33	5,33	1,48
R _{OL} da Eq 1		4,4	4,4	4,4	4,4
R _{sp} da Eq 2		2,3 a 4,0	2,3 a 4,0	2,3 a 4,0	2,3 a 4,0
TFM		20,9	20,9	20,9	20,9
PROPRIEDADES FÍSICAS	VALORES IDEAIS				
Dureza @ 40C	3,0 - 8,0	2	2	3	8
Tensão de Escoamento 40C	> 350	450	350	746	877
Rendimento da Extrusão	Alto	Baixo	Baixo	Alto	Alto
Nível de Fratura (0-5)	0 – 3	3	3	4	3
Taxa de Desgaste (%)	< 50	64	65	62	49
Objetivo de Viscosidade (g/50cm ²)	≤ 19	22	22	21	18

EXEMPLO 8 E EXEMPLOS COMPARATIVOS 13-15 (30% DA TFM)

As composições do exemplo Ex 8 e exemplos comparativos C13-C15 são descritos na Tabela 10 e contêm cerca de 32% sabão em peso (30% de TFM). As barras foram preparadas de acordo com os métodos usados na produção das barras dos Exemplos 1 - 3. A organização e forma da Tabela 10 e os significados dos vários parâmetros são idênticos aos descritos acima nos Exemplos 1-3.

A composição do Ex 8 tem uma razão de sabão Oleico para sabão Láurico (R_{OL}) e uma razão amido para poliol (R_{ps}) dentro dos limites exigidos pelas Equações 1 e 2 no teor de sabão empregado. Esta composição não apenas confere a dureza e tensão de escoamento que permitem um alto rendimento de fabricação (por exemplo, 36 kg por minuto), mas também confere valores aceitavelmente baixos de fratura da barra, taxa de desgaste e viscosidade.

Em contrapartida, a composição comparativa C13 a C15 que tem uma ou as duas razões fora das faixas ideais, não proporcionam barras que permitam extrusão de alto rendimento e/ou que tenham propriedades em uso ideais.

TABELA 10

COMPOSIÇÕES DE SABÃO CONTENDO APROXIMADAMENTE 30% DA MATÉRIA GRAXA

<u>TOTAL (TFM)</u>					
INGREDIENTES		C10	C11	C12	EX7
SABÃO	Carga de Gordura do Sabão	65/20/15 PO/POS/PKO	75/18/7 PO/POS/PKO	75/18/7 PO/POS/PKO	60/20/15 PO/PKO
	Sabões Oleicos	42,0	46,0	46,0	42,0
	Sabões Láuricos	10,0	5,6	5,6	10,0
Sabão Total		32,5	32,5	32,5	34,54
Amido		15,0	15,0	18,0	20,0
Poliol-Glicerina		25,0	25,0	22,0	18,0
Cargas (Talco)		5,00	5,00	5,00	5,00
Agentes secundários		6,46	6,46	6,46	6,46
Água		Até 100	Até 100	Até 100	Até 100

INGREDIENTES		C10	C11	C12	EX7
Razão de Amido/Poliol (Rsp)		0,6	0,6	0,82	1,11
Razão oleicos/Láuricos (R _{OL})		4,2	8,21	8,21	4,2
R _{OL} da Eq 1		7,0	7,0	7,0	7,6
Rsp da Eq 2		0,8 a 3,2	0,8 a 3,2	0,8 a 3,2	0,8 a 3,2
TFM		30,1	30,1	30,1	32,0
PROPRIEDADES FÍSICAS	VALORES IDEAIS				
Dureza @ 40C	3,0 - 8,0	2	2	2	3
Tensão de Escoamento 40C	> 350	238	214	300	420
Rendimento da Extrusão	Alto	Baixo	Baixo	Baixo	Alto
Nível de Fratura (0-5)	0 - 3	3	3	3	3
Taxa de Desgaste (%)	< 50	56	56	55	50
Objetivo de Viscosidade (g/50cm ²)	≤ 19	20	21	21	19

EXEMPLO 9-11 E EXEMPLOS COMPARATIVOS 16-18

As composições dos Exemplos Ex 9-11 e exemplos comparativos C16-C18 são descritas na Tabela 11. As composições em barra têm 20% a 30% de TFM. As barras foram preparadas de acordo com os métodos usados na produção das barras dos Ex 1 e C1-C3. A organização e forma da Tabela 11 e os significados dos vários parâmetros são idênticos aos descritos acima nos Exemplos 1-3.

A composição do Ex 9-11 tem a razão dos sabões Oleicos para sabões Láuricos (R_{OL}) e a razão amido para poliol (Rps) dentro dos limites exigidos pelas Equações 1 e 2 no teor de sabão empregado. Essas composições proporcionam barras dotadas de dureza e tensão de escoamento na faixa desejada para extrusão em alta velocidade e também proporcionam barras que foram aceitáveis em termos de fratura, taxa de desgaste e geração de viscosidade.

Em contrapartida, a composição comparativa C16 a C18 tinha uma razão amido/poliol que estava acima da faixa máxima, isto é, continha amido em demasia em relação ao componente poliols. Muito embora as barras pudessem ser extrudadas, eram muito duras e frágeis (acima do limite de dureza ideal de cerca de 8). Todas essas barras exibiram valores elevados de nível de fratura, taxa de desgaste e geração de viscosidade.

TABELA 11**COMPOSIÇÕES DE SABÃO DOS EXEMPLOS 9-11 E EXEMPLOS COMPARATIVOS 16-18**

INGREDIENTES		Ex9	C16	Ex10	C17	Ex11	C18
SABÃO	Carga de Gordura do Sabão	60/40 PO/PKO	60/40 PO/PKO	45/45/10 PO/POS/PKO	45/45/10 PO/POS/PKO	65/20/15 PO/POS/PKO	90/10 PO/PKO
	Sabões Oleicos	37,0	37,0	40,0	40,0	42,0	47,0
	Sabões Láuricos	25,0	25,0	7,5	7,5	10,0	7,0
Sabão Total		22,54	22,54	27,54	27,54	33,54	33,54
Amido		40,0	42,0	35,0	38,0	30,0	35,0
Poliol-Glicerina		10,2	9,0	10,0	9,0	10,0	10,0
Material particulado insolúvel (Talco)		5,00	5,00	5,00	5,00	5,00	5,00
Agentes secundários		6,46	6,46	6,46	6,46	6,46	6,46
Água		Até 100	Até 100	Até 100	Até 100	Até 100	Até 100
Razão de Amido/Poliol (Rsp)		4,0	4,67	3,5	4,22	3,0	3,5
Razão oleicos/Láuricos (R _{OL})		1,48	1,48	5,3	5,3	4,2	6,7
R _{OL} da Eq 1		4,4	4,4	5,8	5,8	7,1	7,3
Rsp da Eq 2		2,3 a 4,0	2,3 a 4,0	1,5 a 3,6	1,5 a 3,6	0,8 a 3,2	0,8 a 3,1
TFM		20,9	20,9	25,5	25,5	30,1	31,1
PROPRIEDADES FÍSICAS	VALORES IDEAIS						
Dureza @ 40C	3,0 - 8,0	6	9	6	9	6	10
Tensão de Escoamento 40C	> 350	736	963	736	932	678	931
Rendimento da Extrusão	Alto	Alto	Alto	Alto	Alto	Alto	Alto
Nível de Fratura (0-5)	0 - 3	3	5	3	4	3	4
Taxa de Desgaste (%)	< 50	49	54	49	51	45	52
Objetivo de Viscosidade (g/50cm ²)	≤ 19	19	21	19	21	18	20

EXEMPLO 12 E EXEMPLOS COMPARATIVOS 19-20

As composições do exemplo Ex 12 e exemplos comparativos C19-C20 são descritos na Tabela 12. O polissacarídeo neste caso é a celulose microcristalina. As composições em barra têm cerca de 30% de TFM. As barras foram preparadas de acordo com os métodos usados na produção das barras dos Ex 1 e C1 -C3. A organização e forma da Tabela 11 e os significados dos vários parâmetros são idênticos aos descritos acima nos Exemplos 1-3.

A composição do Ex 12 tem uma razão de sabão Oleico para sabão Láurico (R_{OL}) e uma razão de polissacarídeo para polioli (R_{sp}) dentro dos limites exigidos pelas Equações 1 e 2 no teor de sabão empregado. Esta composição proporciona barras dotadas da dureza e tensão de escoamento na faixa desejada para extrusão em alta velocidade e também proporciona barras que foram aceitáveis em termos de fratura, taxa de desgaste e geração de viscosidade.

Em contrapartida, a composição comparativa C₁₉ e C₂₀ tinha uma R_{OL} ou uma R_{sp} que estava fora das faixas preferenciais. Muito embora as barras pudessem ser extrudadas, eram demasiadamente moles para extrusão de alto rendimento. Todas essas barras exibiram valores elevados de taxa de desgaste e geração de viscosidade.

TABELA 12

COMPOSIÇÕES DE SABÃO DOS EXEMPLOS 12 E EXEMPLOS COMPARATIVOS 19-20

INGREDIENTES		Ex12	C19	C20
SABÃO	Carga de Gordura do Sabão	40/40/20 PO/POS/PKO	75/18/7 PO/POS/PKO	75/18/7 PO/POS/PKO
	Sabões Oleicos	38,0	44,0	44,0
	Sabões Láuricos	13,0	5,4	5,4
	Sabão Total	33,5	33,5	33,5
Celulose microcristalina		25	18	15
Poliol-Glicerina		15	22,0	25,0
Material particulado insolúvel (Talco)		5,0	5,0	5,0
Agentes secundários		6,46	6,46	6,46
Água		Até 100	Até 100	Até 100
Razão de Amido ou Celulose/Poliol (R_{sp})		1,67	0,82	0,6

INGREDIENTES		Ex12	C19	C20
Razão oleicos/Láuricos (R_{OL})		2,92	8,15	8,15
R_{OL} da Eq 1		7,25	7,29	7,29
Rsp da Eq 2 ou Eq 2A		0,8 a 3,1	0,8 a 3,1	0,8 a 3,1
TFM				
PROPRIEDADES FÍSICAS	VALORES IDEAIS			
Dureza @ 40C	3,0 - 8,0	5	2,5	2
Tensão de Escoamento 40C	> 350	550	340	223
Rendimento da Extrusão	Alto	Alto	Baixo	Baixo
Nível de Fratura (0-5)	0 – 3	3	3	3
Taxa de Desgaste (%)	< 50	49	53	54
Objetivo de Viscosidade (g/50cm ²)	≤ 19	18	20	21

EXEMPLO 13

Barras de limpeza pessoal especialmente preferenciais são barras extrudadas consistindo essencialmente dos ingredientes listados na Tabela 13 com as restrições: (i) a soma dos ingredientes não pode ultrapassar 100%, de modo que todos ou parte dos ingredientes individuais não pode estar presente simultaneamente em seus níveis máximos; (ii) a razão sabões oleicos para sabões láuricos satisfaz a Equação 1 dentro dos limites de erro de cerca de 15% e (iii) a composição é uma massa extrudável que possui uma dureza de penetrômetro de 3 a 8 kg e uma tensão de escoamento de 350 a 2000 kPa medidas a uma temperatura de 40 °C; e (iv) as barras acabadas têm propriedades físicas próximas aos valores ideais como descrito nas Tabelas anteriores (por exemplo, Tabela 5).

No contexto acima o termo "essencialmente" é empregado para incluir ingredientes que podem ser incluídos para conferir benefícios às barras de sabão, contanto que os ingredientes sejam seguros para o contato rotineiro com a pele e não façam com que a composição exiba propriedades físicas fora das margens estipuladas no item (iii) e (iv) acima, os quais garantem fabricação em alta velocidade e propriedades em uso aceitáveis.

TABELA 13**COMPOSIÇÕES DE FASE CONTÍNUA PREFERENCIAIS PARA AS BARRAS EXTRUDADAS****DA PRESENTE INVENÇÃO**

Ingrediente	% em Peso	Tipos preferenciais
Sabões	20 a 44	Sabões Na, K, TEA e suas misturas R _{OL} satisfaça a Eq 1
Sistema estruturante	35 a 55	10% a 40% de estruturante polissacarídico, preferencialmente amido (natural, pré-gelificado, modificado) e celulose 8% a 30% de poliol (glicerol e/ou sorbitol) 0-10% de material particulado insolúvel (talco, carbonato de cálcio, argilas, aluminatos, silicatos, polissacarídeos, polímeros, sabões insolúveis) Rsp de amido/poliol que satisfaça a Eq 2
Água em barra recém produzida (teor de água nominal)	13-20	Preferencialmente menos que 20%, mais preferencialmente entre cerca de 15% e 18%
Sal solúvel adicionado	0 a <2% 0 a 0,8%	Sulfatos de sódio e/ou potássio, carbonatos, citratos, fosfatos e isetionatos
Ácido graxo livre	0-1,0 0-10%	Ácidos graxos C _{12/14} Ácidos graxos C _{16/18}
Modificadores de deslizamento da barra	0-1	Petrolato, lanolina, ceras, silicones, óxidos de polietileno e óxidos de polietileno de alto peso molecular e suas misturas. Resinas de óxido de polietileno de alto peso molecular solúvel em água, como WSR N-301 (peso molecular 4.000.000) são eficazes em concentrações relativamente baixas.
Sindet	0-10	Sulfatos de alquila e alquiletoxi, sulfonatos de alfa olefina, isetionatos de acila
Saponificação/ eletrólitos de neutralização	0-2	NaCl, KCl
Adjuvantes (agentes secundários)	0-10	Perfumes, colorantes, pigmentos (TiO ₂), conservantes, agentes quelantes, ingredientes emotivos
Agentes beneficiadores da pele	0-10	Preferencialmente 0 a 5%, especialmente: antimicrobianos, vitaminas, óleos essenciais, extratos de plantas, emolientes e hidratantes

REIVINDICAÇÕES

1. BARRA DE LIMPEZA PESSOAL EXTRUDADA DE BAIXA MATÉRIA GRAXA TOTAL (TFM), caracterizada pelo fato de que compreende uma fase contínua compreendendo:

(a) 20% a menos que 40% de sabão de ácido graxo, em que o sabão de ácido graxo compreende pelo menos 30% de sabões de ácido graxo saturado com base no peso total do sabão, e em que o sabão de ácido graxo tem uma razão R_{OL} definida como o peso total de sabões de ácidos graxos oleicos dividido pelo peso total de sabões de ácidos graxos láuricos que satisfaz a Equação (1):

$$R_{OL} \leq (-0,00063(TS^2) + 0,297(TS) - 1,95) \pm 15\% \quad (1)$$

em que TS é o percentual em peso do sabão de ácido graxo na composição de fase contínua;

(b) um sistema estruturante que compreende:

(i) de 10% a 40% em peso de fase contínua de um estruturante polissacarídico selecionado a partir do grupo que consiste em amido, celulose e uma combinação dos mesmos;

(ii) de 8,0% a 30% em peso de fase contínua de um poliol selecionado a partir do grupo que consiste em glicerol, sorbitol e suas misturas; e,

(iii) 0 a 15% em peso de fase contínua de material particulado insolúvel em água;

em que o peso de amido dividido pelo peso de poliol, designado R_{sp} , está na faixa de 0,3 a 5,0, em que a soma dos pesos do polissacarídeo, poliol e material particulado insolúvel compreende de 40% a 60% da fase contínua, em que a composição imediatamente após o processamento tem um teor de água nominal não superior a 20% com base no peso total da composição, e em que a fase contínua é uma massa extrudável que possui uma dureza de penetrômetro de 3 a 8 kg e uma tensão de escoamento de 350 a 2000 kPa

medidas a uma temperatura de 40 °C.

2. BARRA, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que os sabões de ácido graxo são derivados de triglicerídeos selecionados a partir do grupo que consiste em sebo, óleo de coco, óleo de palma, óleo de palmiste, estearina de palma, óleo de babaçu, óleo de soja, óleo de girassol, óleo de soja bruto e misturas dos mesmos.

3. BARRA, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que a fase contínua compreende ainda um ou mais sais solúveis adicionados a um nível inferior a 2% da composição de fase contínua.

4. BARRA, de acordo com a reivindicação 3, caracterizada pelo fato de que os um ou mais sais solúveis adicionados compreendem não mais que 0,8% da composição em peso.

5. BARRA, de acordo com a reivindicação 3, caracterizada pelo fato de que o sal solúvel em água adicionado é um sal de sódio e/ou potássio selecionado a partir do grupo que consiste em sulfatos, carbonatos, fosfatos, citratos, sulfossuccinatos, isetionatos e misturas dos mesmos.

6. BARRA, de acordo com a reivindicação 3, caracterizada pelo fato de que o sal solúvel em água adicionado é sulfato de sódio, carbonato de sódio ou suas misturas.

7. BARRA, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que o estruturante polissacarídico é amido e em que o peso de amido dividido pelo peso de poliol, designado Rsp, satisfaz a Equação (2):

$$(0,0053 (TS^2) - 0,44(TS) + 9,55) \pm 15\% \leq Rsp \leq (5,98 - 0,087(TS)) \pm 15\% (2)$$

em que TS é o teor de sabão total em peso da fase contínua.

8. BARRA, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que o estruturante polissacarídico é celulose e em que o peso de celulose dividido pelo peso de poliol, designado Rsp, satisfaz a Equação (2A):

$$(0,0053 (TS^2) - 0,44(TS) + 9,55) \pm 15\% \leq Rsp \leq (5,98 - 0,087(TS)) \pm 15\% (2A)$$

em que TS é o teor de sabão total em peso da fase contínua.

9. BARRA, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que o estruturante polissacarídico compreende 20% a até 40% e o poliol compreende 10% a 30% em peso da fase contínua.

5 10. BARRA, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que o amido é um amido natural, um amido pré-gelatinizado, um amido quimicamente modificado ou misturas dos mesmos.

11. BARRA, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que a celulose é selecionada a partir do grupo que consiste em celulose
10 microcristalina, éter de alquilcelulose hidroxialquila e misturas dos mesmos.

12. BARRA, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que o material particulado insolúvel em água é um material particulado inorgânico selecionado a partir do grupo que consiste em carbonatos, sulfatos, silicatos, argilas, aluminatos, fosfatos, talcos e misturas dos mesmos.

15 13. BARRA, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que o material particulado insolúvel em água é um material particulado orgânico selecionado a partir do grupo que consiste em polissacarídeos, polímeros sintéticos e misturas dos mesmos.

14. BARRA, de acordo com a reivindicação 12, caracterizada
20 pelo fato de que o material particulado insolúvel em água compreende de 4% a 10% em peso da composição.

15. BARRA, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que a soma dos pesos do estruturante polissacarídico, poliol e material particulado insolúvel compreende de 35% a 55% com base no peso
25 total da fase contínua.

16. BARRA, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que compreende ainda um ácido graxo que possui 12 a 22 átomos de carbono e um ponto de fusão abaixo de 50 °C.

17. BARRA, de acordo com a reivindicação 16, caracterizada pelo fato de que os ácidos graxos C_{12} e C_{14} estão presentes em um nível inferior a 1% com base no peso total da composição em barra.

18. BARRA, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada
5 pelo fato de que compreende ainda um tensoativo sintético presente em um nível igual ou inferior a 10% com base no peso total da composição em barra, em que o tensoativo sintético é selecionado a partir do grupo que consiste em tensoativos aniônicos não sabões, tensoativos não iônicos, tensoativos anfotéricos e misturas dos mesmos.

10 19. BARRA, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que compreende ainda de 0,05 a 1% de um modificador de deslizamento selecionado a partir do grupo que consiste em petrolatos, ceras, lanolinas, polialcanos, polialcenos, resinas de óxido de polietileno de alto peso molecular, silicones, polietileno glicóis e misturas dos mesmos.

15 20. BARRA, de acordo com a reivindicação 19, caracterizada pelo fato de que o modificador de deslizamento é uma resina de óxido de polietileno solúvel em água que possui um peso molecular de pelo menos 80000 Daltons.

21. BARRA, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada
20 pelo fato de que a composição imediatamente após o processamento tem um teor de água nominal entre 15% e 18% com base no peso total da composição.

22. BARRA, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que a fase contínua compreende 25% a 35% em peso de sabão de ácido graxo e Rsp está na faixa de 0,7 a 3,7.

23. BARRA, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo
25 fato de que a composição imediatamente após o processamento tem um teor de água nominal de 14% a 18% com base no peso total da barra.

24. BARRA, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de que o poliál é glicerol.

RESUMO

“BARRA DE LIMPEZA PESSOAL EXTRUDADA DE BAIXA MATÉRIA GRAXA TOTAL (TFM)”

A presente invenção refere-se a uma barra de limpeza pessoal extrudada de baixa TFM que possui uma fase contínua que compreende: (a) 20% a menos que 45% de sabão de ácido graxo, em que o sabão de ácido graxo compreende pelo menos 30% de sabões de ácido graxo saturado com base no peso total do sabão, e em que o sabão de ácido graxo possui uma razão R_{OL} , definida como o peso total de sabões de ácidos graxos oleicos dividido pelo peso total de sabões de ácidos graxos láuricos que satisfaz a Equação (1): $R_{OL} = (-0,00063(TS^2) + 0,297(TS) - 1,95) \pm 15\%$ (1), onde TS é o percentual em peso do sabão de ácido graxo na composição; (b) um sistema estruturante que compreende: (i) de 10% a 40% em peso da fase contínua de um estruturante polissacarídico selecionado a partir do grupo que consiste em amido, celulose e misturas dos mesmos (ii) de 8,0% a 30% em peso da fase contínua de um poliol selecionado a partir do grupo que consiste em glicerol, sorbitol e misturas dos mesmos, e (iii) 0 a 15% em peso da fase contínua do material particulado insolúvel em água, em que o peso do estruturante polissacarídico dividido pelo peso do poliol, designado R_{sp} , está na faixa de 0,3 a 5,0 e em que a fase contínua é uma massa extrudável que possui uma dureza de penetrômetro de 3 a 8 kg e uma tensão de escoamento de 350 a 2000 kPa medida a uma temperatura de 40 °C.