

DESCRIÇÃO
DA
PATENTE DE INVENÇÃO

N.º 916767

REQUERENTE: HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT, alemã, com sede em D-6230 Frankfurt am Main 80, República Federal Alemã.

EPÍGRAFE: "PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE COMPOSIÇÕES DE LAVAGEM"

INVENTORES: Dr. Franz-Josef Dany, Werner Gohla, Gerhard Kalteyer, Dr. Joachim Kandler e Hans Krämer, residentes na República Federal Alemã.

Reivindicação do direito de prioridade ao abrigo do artigo 4.º da Convenção de Paris de 20 de Março de 1883.

República Federal Alemã, 15 de Fevereiro de 1990, sob o n.º. P 40 04 626.5.

Descrição referente à patente de invenção de HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT, alemã, industrial e comercial, com sede em D-6230 Frankfurt am Main 80, República Federal Alemã, (inventores: Dr. Frans-Josef Dany, Werner Gohla, Gerhard Kalteyer, Dr. Joachim Kandler e Hans Krämer, residentes na República Federal Alemã), para "PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE COMPOSIÇÕES DE LAVAGEM, CONTENDO COMO AGENTE ESTRUTURANTE DISSILICATO DE SÓDIO".

DESCRIÇÃO

A presente invenção refere-se a composições de lavagem com 5 a 50% em peso, mas de preferência com 10 a 30% em peso, de pelo menos um agente tensioactivo, com 0,5 a 60% em peso de um agente estruturante, bem como com substâncias auxiliares correntes para composições de lavagem.

É já um procedimento corrente na técnica há mais de 80 anos incorporar nas formulações de composições de lavagem silicatos de sódio, principalmente na forma da sua solução aquosa, também designada por vidro solúvel.

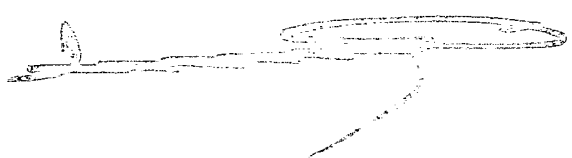
Os silicatos de sódio foram utilizados durante muito tempo, sobretudo em combinação com carbonato de sódio, como agentes estruturantes em composições de lavagem, mas a evolução do desenvolvimento de modernas composições de lavagem trouxe como consequência a sua substituição por substâncias com melhores propriedades estruturantes, como por exemplo


fosfatos condensados.

Devido ao facto de em muitos países da Europa e nos Estados Unidos terem entrado em vigor legislação restritiva para as composições de lavagem que incorporam fosfatos, o zeólito 4A, em combinação com policarboxilatos, é actualmente o agente estruturante básico para muitos produtos de lavagem. A adição de dissilicato de sódio amorfo na forma de vidro solúvel (solução aquosa) ou na forma de pó, numa quantidade da ordem de 5% em peso, é ainda comum actualmente na maioria das composições de lavagem comercializadas. O objectivo da utilização do dissilicato de sódio não se limita neste caso, apenas à sua acção inibidora de corrosão. Serve também como agente estruturante com boas propriedades de absorção para os componentes líquidos e, devido à sua acção dispersante, melhora o poder de arrastamento da sujidade da calda de lavagem. Além disso, liga-se com uma parte das substâncias que contribuem para a dureza da água de lavagem e, deste modo, favorece também o resultado da lavagem.

Tal como, surpreendentemente, foi agora descoberto, as propriedades, em termos de técnica de lavagem, dos dissilicatos de sódio comerciais que normalmente possuem um teor de água compreendidos entre 15 e 23% em peso, podem ser substancialmente melhoradas se se submeterem estes produtos a uma desidratação parcial.

Para a desidratação parcial destes dissilicatos de sódio, com obtenção de dissilicatos de sódio amorfos com um teor de água compreendido entre 0,3 e 6% em peso, de preferência entre 0,5 e 2% em peso, procede-se por exemplo colocando o dissilicato de sódio amorfo na forma de pó, com um teor de água inicial compreendido entre 15 e 23% em peso, num forno giratório montado com uma disposição inclinada, equipado com um dispositivo para a movimentação dos sólidos, em cujo forno o silicato é tratado em contracorrente com gás de fumo a uma temperatura compreendida entre 250 e 500°C, durante 1 a 60



minutos, estando o forno giratório isolado de forma que a temperatura da sua parede exterior seja inferior a 60°C. O dissilicato de sódio amorfo que sai do forno giratório é triturado com auxílio de um triturador mecânico, com obtenção de um produto com uma granulometria compreendida entre 0,1 e 12 mm. Preferivelmente o dissilicato de sódio triturado é moído com auxílio de um moinho até à obtenção de uma granulometria compreendida entre 2 e 400 µm, accionando-se o moinho com uma velocidade periférica compreendida entre 0,5 e 60 m/s.

Em particular a composição de lavagem de acordo com a presente invenção caracteriza-se então por conter como agente estruturante um dissilicato de sódio amorfo, praticamente anidro, com um teor de água compreendido entre 0,3 e 6% em peso.

Além disso a composição de lavagem de acordo com a invenção pode eventualmente, mas de preferência, caracterizar-se por:

- a) o dissilicato de sódio amorfo conter 0,5 a 2% em peso de água;
- b) o dissilicato de sódio amorfo praticamente anidro, incorporado na composição como agente estruturante, ter sido obtido pela desidratação parcial de dissilicato de sódio amorfo comercial, na forma de pó, possuindo um teor de água inicial compreendido entre 15 e 23% em peso;
- c) o dissilicato de sódio amorfo, praticamente anidro, incorporado na composição como agente estruturante, ter sido obtido colocando o dissilicato de sódio amorfo na forma de pó, com um teor de água inicial compreendido entre 15 e 23% em peso, num forno giratório montado com uma disposição inclinada, equipado com dispositivos para a movimentação dos sólidos, em cujo forno o silicato é tratado em contracorrente com gás de fumo a temperaturas compreendidas entre 250 e 500°C durante 1 a 60 minutos, estando o forno giratório isolado de modo que a temperatura da sua parede

exterior seja menor do que 60°C, e triturando-se o dissilicato de sódio amorfo à saída do forno giratório com auxílio de um triturador mecânico até à obtenção de uma granulometria compreendida entre 0,1 e 12 mm, e em seguida moendo-se com um moinho até à obtenção de uma granulometria compreendida entre 2 e 400 µm.

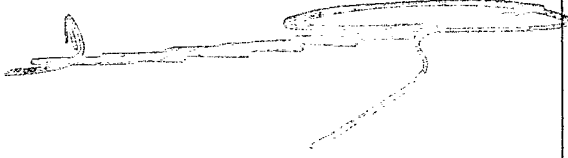
Partindo-se de um dissilicato de sódio comercial com um teor de água de 18% prepararam-se os seguintes produtos parcialmente desidratados:

EXEMPLO	TEOR DE ÁGUA (% peso H ₂ O)
I (produto de partida)	18
II	0,3
III	0,7
IV	1,5
V	3,1
VI	5

De harmonia com o processo de mistura por nebulização por pulverização prepararam-se composições de lavagem correspondentes à formulação básica adiante, com as espécies de dissilicato de sódio particulares (NaDS; exemplos I - VI):

FORMULAÇÕES DE COMPOSIÇÕES DE LAVAGEM		
COMPONENTES	% em peso	
	A	B
NaDS . aq (exemplos I-VI)	25 *)	45 *)
Na-Perborato tetrahidrato	10,0	10,0
Na-Percarbonato	8,0	8,0
Tensioactivo anidrico	12,0	12,0
Alquilbenzenosulfonato		
sabão	7,5	7,5
	4,5	4,5
Tensioactivo não iónico (etoxilato de álcool gordo)	5,0	5,0
Policarboxilato (ácido acrí lico/ácido maleico PM ca. 60.000)	4,0	4,0
Éter celulósico	2,0	2,0
Enzimas	0,5	0,5
Branqueador óptico	0,2	0,2
Na-sulfato, água e constituintes minoritários	ad 100	ad 100

*) Calculado em cada caso como $\text{Na}_2\text{Si}_2\text{O}_5$



Em cada caso 2,5 g ou 4,5 g do dissilicato de sódio correspondentes aos exemplos I - VI, para a determinação do seu poder de ligação das substâncias que contribuem para a dureza da água, (dureza da água residual) foram dissolvidos em 1000 ml de água com dureza 18°dH, a solução foi agitada exactamente 1/2 hora a 60°C por meio de um agitador magnético com cerca de 500 rpm, em seguida arrefeceu-se rapidamente em água gelada até 20°C e em seguida fez-se passar a solução através de um filtro de membrana com um tamanho de poros de 0,45 µm para eliminação do residuo insolúvel. Repetiu-se o mesmo processo também com a água utilizada com 18°dH, mas sem adição de dissilicato de sódio, para se eliminarem os erros que seriam eventualmente originados por uma possível precipitação de cálcio e magnésio na forma de carbonatos.

Do mesmo modo dissolveram-se em cada caso 10 g da composição de lavagem com base na formulação básica anterior, com dissilicato de sódio correspondente aos exemplos I - VI, em água com 18°dH, e trataram-se as soluções como se descreve acima. A formulação básica sem adição de dissilicato de sódio foi utilizada como amostra em branco nesta série de ensaios.

Nos filtrados das soluções individuais, assim como na água tratada e filtrada de modo idêntico, mas sem adição determinaram-se por meio de absorção atômica os teores residuais de cálcio e de magnésio que estão indicados no quadro 1:

Q U A D R O I

Dureza residual da água (mg de metal alcalinoterroso/1000 ml H ₂ O)									
Exemplo	Na ₂ SiO ₅ .aq (2,5 g/1000 ml H ₂ O)		comp. de lavagem A (10 g/1000 ml H ₂ O)		Na ₂ Si ₂ O ₅ .aq (4,5 g/1000 ml H ₂ O)		comp. lavagem B (10 g/1000 ml H ₂ O)		
	Ca	Mg	Ca	Mg	Ca	Mg	Ca	Mg	
I Na ₂ Si ₂ O ₅ 18 %H ₂ O	18	5	22	5	17	5	20	4	
II Na ₂ Si ₂ O ₅ 0,3%H ₂ O	6	2	17	2	5	1	14	1	
III Na ₂ Si ₂ O ₅ 0,7%H ₂ O	2,5	<1	12	1	3	1	7,5	1	
IV Na ₂ Si ₂ O ₅ 1,5%H ₂ O	3	1	12	1	3	1	9	1	
V Na ₂ Si ₂ O ₅ 3,1%H ₂ O	3,5	1	17	2	4	1	15	1	
VI Na ₂ Si ₂ O ₅ 5 %H ₂ O	3,5	1,5	18	2	4	1	16	1	
ensaios em branco:									
água usada	85		-		85		15		-
formulação de base									
(sem adição de									
Na ₂ Si ₂ O ₅)	-		75		-		72		19

A partir dos valores determinados para a dureza residual da água deduz-se nitidamente a superioridade do dissilicato de sódio parcialmente deshidratado (exemplo II-VI) relativamente ao produto de partida com 18% em peso de água (exemplo I).

Como, em geral, um poder superior de ligação das substâncias que contribuem para a dureza da água permite esperar também uma melhoria dos resultados da lavagem realizaram-se com as composições de lavagem (tipo A) que incorporavam as espécies particulares de dissilicato de sódio correspondentes aos exemplos I-IV, ensaios de lavagem numa máquina de lavagem doméstica, nas seguintes condições:

Máquina de lavar:	Miele TMT
temperatura	60°C
dureza da água:	18°dH
carga:	3,75 kg de tecido de ensaio não sujo
programa:	lavagem principal
dose de composição de lavagem:	175 g
tecidos de ensaio utilizados:	

(EMPA = Eidgenössische Materialprüfungsanstalt St. Gallen, Suíça;

WFK = Wäschereiforschung Krefeld)

a) Para a acção de lavagem primária (eliminação de sujidade e branqueamento):

EMPA BW 101	(Sujidade standard)
EMPA PE/BW 104	(Sujidade standard)
WFK BW 10C	(Sujidade standard)
WFK BW 10G	(sujidade chá)
WFK PE/BW 20G	(Sujidade chá)

b) Para a acção de lavagem secundária:

EMPA - algodão

FEK - "frottee."

O ensaio da acção de lavagem primária foi realizado por meio da medição da remissão óptica e é expresso na forma da diferença de remissão, que se obtém da diferença dos valores depois e antes da lavagem:

$$\triangle R = R_n - R_v$$

$$\triangle R = (\%) \text{ diferença de remissão}$$

$$R_n = (\%) \text{ remissão depois da lavagem}$$

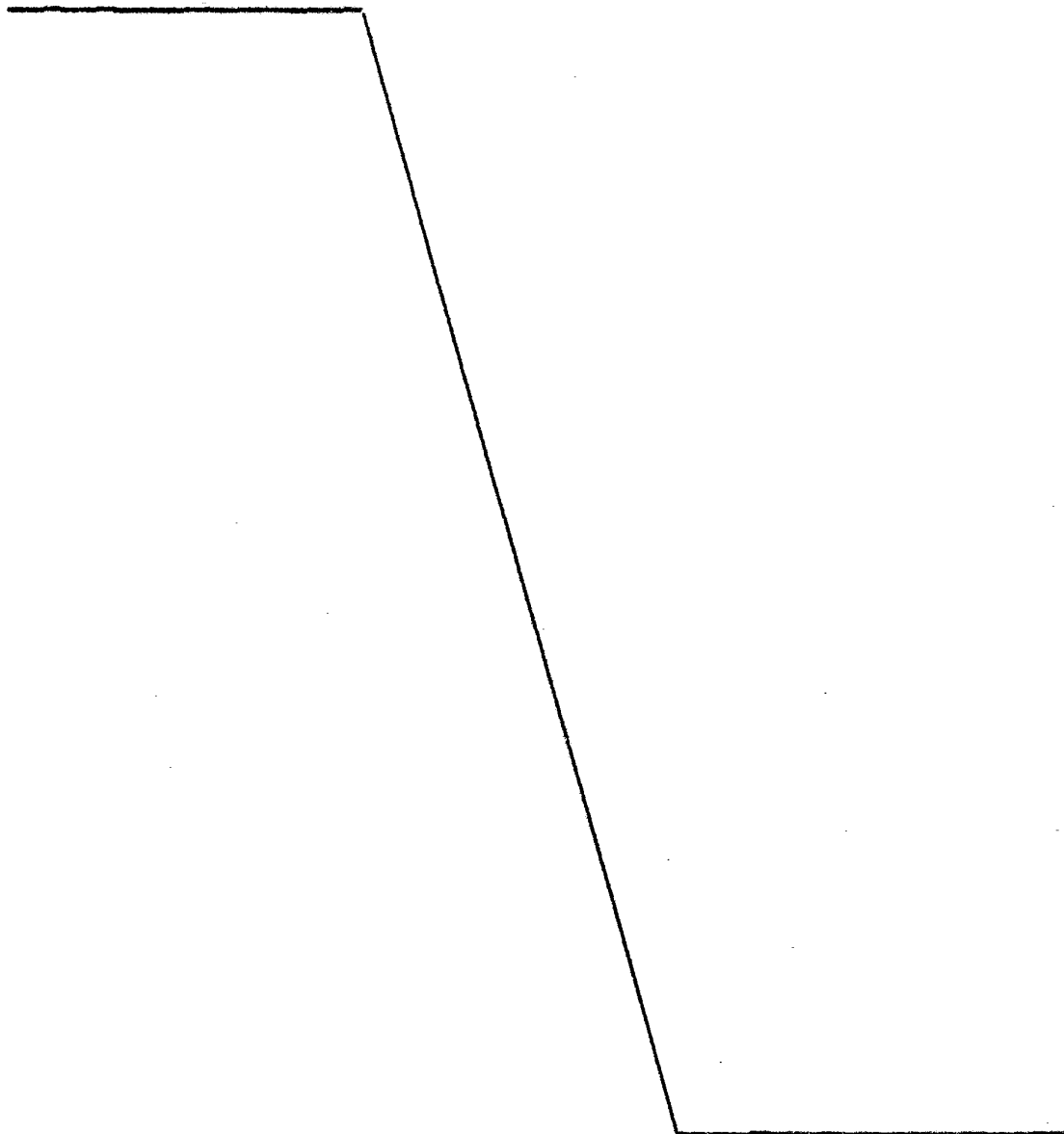
$$R_v = (\%) \text{ remissão antes da lavagem}$$

O valor das cinzas, usado como medida da incrustação dos tecidos, foi determinado depois de 25 lavagens, determinando-se o resíduo em percentagem da incineração a 800°C.

No quadro 2 apresentam-se os resultados da lavagem que foram obtidos com as composições de lavagem (tipo A) à base de dissilicatos de sódio correspondentes aos exemplos I-VI. Como era de esperar, as composições de lavagem (tipo A) que incorporam os dissilicatos de sódio parcialmente desidratados apresentam uma nítida superioridade relativamente à formulação de lavagem à base do produto de partida (exemplo I, dissilicato de sódio com 18% de água).

As composições de lavagem preparadas à base dos exemplos I-VI (tipo A) foram também submetidas a um ensaio para a determinação da estabilidade à armazenagem. Neste caso as amostras das composições de lavagem individuais foram embaladas em caixas de cartão fechadas (Wachs-Karton, permeabilidade ao vapor de água: cerca de $10 \text{ g g m}^{-2} \text{ dia}^{-1}$) e as caixas foram conservadas numa estufa climatizada a 37°C e a

70% de humidade relativa do ar durante 4 semanas. A capacidade de escorrer foi determinada de forma correspondente ao quadro 3. Como o quadro 3 permite verificar, as composições de lavagem (tipo A) à base dos produtos deshidratados parcialmente de acordo com a invenção (exemplos II-VI) mostram-se nitidamente superiores devido ao facto de a sua capacidade de escorrer se manter mais ou menos estacionária, enquanto que o dissilicato de sódio comercial (exemplo I), nas mesmas condições de armazenamento, endureceu completamente.



Ensaio de lavagem (processo de lavagem 60°C/18°dH)									
Acção de lavagem primária (eliminação de sujidade/branqueamento)									
Formulação (tipo A)	Diferença de renissão								WFL
	MSPA		WFL		WFL				
	BW 101	PE/BW 104	BW	10C	BW	10C	PE/BW 204		
I NaDS comercial com 18% H ₂ O	16	21			20			16	27
II (NaDS 0,5 % H ₂ O)	19	23			24			21	31
III (NaDS 0,7 % H ₂ O)	21	25			25			23	34
IV (NaDS 1,5 % H ₂ O)	22	27			25			24	35
V (NaDS 3,1 % H ₂ O)	22	26			24			22	33
VI (NaDS 5,0 % H ₂ O)	21	24			23			22	30
Acção de lavagem secundária (cinzas do tecido)									
(Lavagem principal a 60°C/18°dH/25 ciclos de lavagem)									
% de cinzas									

....

(Continuação do quadro 2)

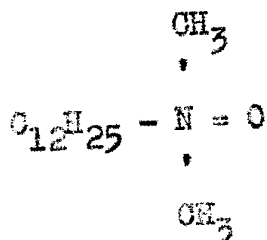
	EPA - algodão	WFK - frottee
I NaDS comercial com 18 % H ₂ O	5,5	7,1
II (NaDS 0,3 % H ₂ O)	3,8	4,8
III (NaDS 0,7 % H ₂ O)	3,1	4,5
IV (NaDS 1,5 % H ₂ O)	2,4	4,2
V (NaDS 3,1 % H ₂ O)	2,8	4,7
VI (NaDS 5,0 % H ₂ O)	3,0	4,7

Q U A D R O 3

Estabilidade à armazenagem das formulações de lavagem I-VI (tipo A)	
(Condições: 37°C/70 % hum. erl./4 semanas)	
Formulação	
I NaDS comercial com 18 % H ₂ O	não capaz de escorrer
II (NaDS 0,3 % H ₂ O)	capaz de escorrer
III (NaDS 0,7 % H ₂ O)	capaz de escorrer
IV (NaDS 1,5 % H ₂ O)	capaz de escorrer
V (NaDS 3,1 % H ₂ O)	capaz de escorrer
VI (NaDS 5,0 % H ₂ O)	condicionalmente capaz de escorrer

Por agentes tensioactivos aniônicos entendem-se os sais solúveis em água de ácidos gordos superiores ou de ácidos resínicos, tais como os sabões de sódio ou de potássio de óleos de côco, de noz de palmeira ou óleo de colza, bem como de sebo, e misturas dos mesmos. Contam-se ainda entre estes sulfonatos aromáticos substituídos por alquilo superiores, tais como benzenossulfonatos de alquilo com 9 a 14 átomos de carbono no radical alquilo, naftanlinossulfonatos de alquilo, toluenossulfonatos de alquilo, xilenossulfonatos de alquilo ou fenolsulfonatos de alquilo, com radicais alquilo possuindo 9 a 14 átomos de carbono; sulfatos de álcoois gordos ($R-CH_2-O-SO_3Na$; $R=11$ a 17 átomos de carbono) ou étersulfatos de álcoois gordos, tais como laurilsulfato de alquilo ou hexadecilsulfato de alquilo, laurilsulfato de trietanolanina, oleilsulfatos de sódio ou de potássio, sais de sódio ou de potássio de laurilsulfato etoxilado com 2 a 6 mol de óxido de etileno. Outros agentes tensioactivos aniônicos apropriados são alcanossulfonatos secundários de cadeia linear, bem como sulfonatos de α -olefinas com um comprimento de cadeia de 12 a 20 átomos de carbono.

Por agentes tensioactivos não iônicos entendem-se os compostos que possuem um grupo hidrófugo orgânico, bem como um radical hidrófilo, por exemplo os produtos de condensação de alquilfenóis ou de álcoois gordos superiores com óxido de etileno (etoxilatos de álcool gordo) os produtos de condensação de polipropilenoglicol com óxido de etileno ou óxido de propileno, os produtos de condensação de óxido de etileno com o produto da reacção de etilenodiamina e óxido de propileno, bem como aminoóxidos terciários de cadeia longa



Finalmente os agentes tensioactivos com carácter iónico híbrido (anfotéricos) compreendem os seguintes compostos:

derivados de aminas alifáticas secundárias e terciárias, ou de compostos de amónio quaternário com 8 a 18 átomos de carbono e um grupo hidrófilo no radical alifático, como por exemplo 3-dodecilamino-propionato de sódio, 3-dodecilamino-propanossulfonato de sódio, 3-(N,N-dimetil-N-hexadecil-amino)-propano-1-sulfonato ou acilaminoalquil-N,N-dimetilacetobetaina sendo o grupo acilo pertencente a um ácido gordo com 8 a 18 átomos de carbono e contendo o radical alquilo 1 a 3 átomos de carbono.

Como substâncias auxiliares para agentes de lavagem de acordo com a invenção prestam-se sais orgânicos ou inorgânicos com reacção fracamente ácida, neutra ou alcalina, e em particular complexantes orgânicos ou inorgânicos.

Os sais com reacção fracamente ácida, neutra ou alcalina apropriados, são por exemplo os bicarbonatos ou carbonatos de metais alcalinos, e ainda os sais alcalinos de ácidos sulfónicos, ácidos carboxílicos e ácidos sulfo-carboxílicos orgânicos com 1 a 8 átomos de carbono tensioactivos. Pertencem a estes, por exemplo os sais solúveis em água dos ácidos benzenossulfónico, toluenossulfónico ou xilenossulfónico, sais solúveis em água de ácido sulfoacético, sulfobenzoico, ou sais de ácidos sulfodicarboxílicos, assim como os sais dos ácidos acéticos, láctico, cítrico, tartárico, oxidia-cético ($\text{HOOC}-\text{CH}_2-\text{O}-\text{CH}_2-\text{COOH}$), oxidissuccínico, 1,2,3,4-diclopentanotetracarboxílico, policarboxilatos, ácido poliacrílico e ácido polimaléico. Aos complexantes orgânicos pertencem por exemplo os ácidos nitrilotriacético, etilenodiaminotetraacético, N-hidroxietil-etilenodiaminotriacético ou polialquileno-poli-amino-N-policarboxílicos.

As substâncias auxiliares para composições de lavagem de acordo com a invenção abrangem ainda produtos, tais como os sais alcalinos ou de amônio dos ácidos sulfúrico, bórico, alquilenofosfônico, hidroxialquilenofosfônico ou aminoalquilenofosfônico, assim como agentes de branqueamento, estabilizadores para compostos de peróxido (branqueadores) e complexantes orgânicos solúveis em água.

Em particular pertencem aos agentes de branqueamento perborato de sódio monohidrato ou tetraidrato, percarbonato de sódio, os sais alcalinos dos ácidos peroxomonossulfúrico ou peroxodissulfúrico, os sais alcalinos do ácido peroxodifosfórico ($H_4P_2O_8$) e sais alcalinos de ácidos peroxocarboxílicos, tais como ácido diperoxododecanodicarboxílico. Como estabilizadores para estes branqueadores prestam-se por exemplo silicato de magnésio de precipitação solúvel em água, complexantes orgânicos como os sais alcalinos dos ácidos iminodiacético, nitrilotriacético, etilenodiaminotetraacético, metilendifosfônico, 1-hidroxietano-1,1-difosfônico e nitrilotrismetilenofosfônico.

Podem ainda ser componentes adicionais das composições de lavagem de acordo com a invenção substâncias auxiliares para composições de lavagem que aumentam o poder de arrastamento da sujidade das caldas de lavagem, tais como carboximetilcelulose, carboximetiloamidos, metilcelulose ou copolímeros de anidrido maleico com éter metilvinílico ou ácido acrílico, reguladores de espumação como por exemplo fosfatos de monoalquilo e de dialquilo com 16 a 20 átomos de carbono em cada radical alquilo, assim como branqueadores ópticos, agentes de desinfecção e enzimas, tais como proteases, amilases e lipases.

REIVINDICAÇÕES

- 1ª -

Processo para a preparação de uma composição de lavagem caracterizado por se incorporarem 5 a 50% em peso de pelo menos um agente tensioactivo, 0,5 a 60% em peso de um agente estruturante, assim como substâncias auxiliares correntes para composições de lavagem, utilizando-se como agente estruturante dissilicato de sódio amorfo praticamente anidro que tem um teor de água compreendido entre 0,3 e 6% em peso.

- 2ª -

Processo de acordo com a reivindicação 1 caracterizado por se obterem composições de lavagem nas quais o dissilicato de sódio amorfo tem um teor de água compreendido entre 0,5 e 2% em peso.

- 3ª -

Processo de acordo com qualquer das reivindicações 1 ou 2 caracterizado por se obterem composições de lavagem contendo como agente estruturante um dissilicato de sódio amorfo praticamente anidro que foi obtido pela desidratação parcial de dissilicato de sódio amorfo comercial na forma de póis que possuía um teor de água compreendido entre 15 e 23% em peso.

- 4ª -

Processo de acordo com a reivindicação 3 caracterizado por se obter uma composição de lavagem que contém como agente estruturante um dissilicato de sódio amorfo pra

- 17 -

ticamente anidro, que foi preparado a partir de um dissilicato de sódio amorfo na forma de pó possuindo um teor de água inicial compreendido entre 15 e 23% em peso, o qual é colocado num forno giratório montado com uma disposição inclinada, possuindo dispositivos para a movimentação dos sólidos, em cujo forno o dissilicato de sódio é tratado em contracorrente com um gás de fumo a temperaturas compreendidas entre 250 e 500°C durante 1 a 60 minutos, sendo o referido forno giratório isolado de forma que a temperatura da sua parede exterior seja inferior a 60°C, e triturando-se em seguida o dissilicato de sódio amorfo à saída do forno giratório com auxílio de um triturador mecânico de modo a obter-se um produto com uma granulometria compreendida entre 0,1 e 12 mm, e moendo-se em seguida o produto obtido de modo a obter-se um produto final com uma granulometria compreendida entre 2 e 400 µm.

A requerente reivindica a prioridade do pedido alemão apresentado em 15 de Fevereiro de 1990, sob o nº. P 40 04 626.5.

Lisboa, 14 de Fevereiro de 1991

[Illegible text]



RESUMO

"PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE COMPOSIÇÕES DE LAVAGEM, CONTENDO COMO AGENTE ESTRUTURANTE DISSILICATO DE SÓDIO"

A invenção refere-se a um processo para a preparação de uma composição de lavagem que compreende incorporar-se 5 a 50% em peso de pelo menos um agente tensioactivo, 0,5 a 60% em peso de um agente estruturante, assim como substâncias auxiliares correntes para composições de lavagem utilizando-se como agente estruturante dissilicato de sódio amorfo praticamente anidro que tem um teor de água compreendido entre 0,3 e 6% em peso.