

(11) *Número de Publicação:* **PT 94004 B**

(51) *Classificação Internacional:* (Ed. 6)

C11D017/00 A

C11D003/50 B

C11D003/37 B

(12) FASCÍCULO DE PATENTE DE INVENÇÃO

(22) <i>Data de depósito:</i> 1990.05.11 (30) <i>Prioridade:</i> 1989.05.11 US 350433 (43) <i>Data de publicação do pedido:</i> 1991.01.08 (45) <i>Data e BPI da concessão:</i> 01/97 1997.01.10	(73) <i>Titular(es):</i> PROCTER & GAMBLE COMPANY, THE ONE PROCTER & GAMBLE PLAZA CINCINNATI, OHIO, 45202 US (72) <i>Inventor(es):</i> (74) <i>Mandatário(s):</i> MANUEL GOMES MONIZ PEREIRA RUA DO ARCO DA CONCEIÇÃO 3, 1º AND. 1100 LISBOA PT
--	--

(54) *Epígrafe:* PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE COMPOSIÇÕES DETERGENTES COMPREENDENDO PARTICULAS PERFUMADAS

(57) *Resumo:*

COMPOSIÇÕES DETERGENTES COMPREENDENDO
PARTICULAS PERFUMADAS

[Fig.]

MEMÓRIA DESCRITIVA

DA

PATENTE DE INVENÇÃO

Nº 94.004 X

NOME: THE PROCTER & GAMBLE COMPANY , norte americana, industrial, com sede em One Procter & Gamble Plaza, Cincinnati, Ohio 45202, Estados Unidos da América

EPÍGRAFE: "PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE COMPOSIÇÕES DETERGENTES COMPREENDENDO PARTÍCULAS PERFUMADAS"

INVENTORES: Diane Grob SCHMIDT

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

1989/05/11; US; Nº 07/350,433

11.1.1990
al

- R E S U M O -

"PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE COMPOSIÇÕES DETERGENTES
COMPREENDENDO PARTÍCULAS PERFUMADAS"

Descreve-se um processo para a preparação de uma composição detergente, caracterizado pelo facto de a mesma compreender:

a) entre 1 % e 90 % de um agente tensio-activo seleccionado de um grupo constituído por agentes tensio-activos aniónicos, não iónicos, iões-hermafrodita cationicos, anfotéricos e suas misturas; e

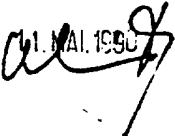
b) uma quantidade de partículas perfumadas com um tamanho de partícula com um tamanho médio inferior a 350 microns, de preferência menos do que 300 microns, que compreendem entre 5 % e 70 %, de preferência entre 5 % e 50 %, em peso de um perfume encontrando-se o referido perfume disperso em entre 30 % e 95 % de um veículo polimérico insolúvel na água com um peso molecular de entre 100 e 30.000, um ponto de fusão de 37°C a 190°C e um valor de dureza de entre 0,1 e 15.

111 MAI. 1980
al

1
5
Apresentam-se partículas perfumadas que compreendem perfume disperso em material transportador polimérico de baixo peso molecular, insolúvel na água. Apresentam-se também composições de limpeza e de condicionamento que têm incorporadas as referidas partículas.

10
15
O presente invento baseia-se no conceito da libertação controlada do perfume, isto é libertação do perfume num momento e sob condições que proporcionarão o efeito desejado de perfume. De uma forma geral trata-se de uma ideia muito antiga e vários métodos para se conseguir esse fim têm sido desenvolvidos, desde a simples ideia de se pôr perfume em velas de cera até à complexa tecnologia da micro-encapsulação.

20
25
30
35
Um aspecto do conceito da libertação controlada do perfume é proporcionar uma lenta libertação do perfume ao longo de um período prolongado de tempo. Isto consegue-se, geralmente, misturando-se o perfume com uma substância que, em essência, "aprisionará o perfume, de forma que ao longo do tempo apenas pequenas quantidades de perfume sejam libertadas. A utilização de substâncias poliméricas de elevado peso molecular com perfume incorporado para proporcionar a libertação controlada de perfume ao longo do tempo, é conhecida Vêr, por exemplo, Patente U.S. 4 184 099, Lindauer e al, emitida em 15 de Janeiro de 1980; Pedido de Patente Europeu nº 0 028 118, Leonard, publicado em 6 de Maio de 1981; e Patente U. S. 4.110 261, Newland, emitida em 29 de Agosto de 1978, que descrevem a combinação do perfume com um meio de controlo da sua libertação e a formação da combinação num produto sólido para desodorizar o ambiente.

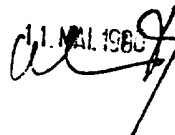
11. MAI. 1990


1 A lavagem de textéis preocupa-se igualmente com
a libertação de perfumes. A aplicação deste conceito
permite abrandar ou evitar a libertação do perfume ao
5 longo de grandes períodos de armazenamento em prateleiras.
Tal conceito proporciona igualmente a utilização
de níveis muito inferiores de perfume no produto, uma
vez que se desperdiça muito menos perfume.

10 A preservação do perfume durante o tempo de armazenamento
pode ser conseguida de várias maneiras. O perfume
pode fazer parte da embalagem da composição. O perfume
pode ser combinado com o plástico utilizado para fabricar
15 um frasco, ou pode ser misturado com uma substância
polimérica e o produto utilizado para revestir uma
composição embalagem de cartão, conforme descrito na Patente
U.S. 4 540.721, Staller, emitida em 10 de Setembro de 1985.
De qualquer maneira das formas o perfume é libertado
ao longo do tempo da matriz polimérica.

20 O perfume agente de libertação controlada pode
apresentar-se também sob a forma de partículas misturadas
numa composição para lavandaria. Um processo que se considera
poder atingir esse fim é combinar-se o perfume com um polímero
25 solúvel na água, formar-se em partículas e adicionar-se a uma
composição para lavandaria conforme descrito nas Patentes U.S. 4.209.417,
Whyte, emitida em 24 de Junho de 1980; Patente U.S. 4.339.356 Whyte,
emitida em 13 de Julho de 1982; e Patente U.S. 3.576.760,
30 Gould e al., emitida em 27 de Abril de 1971.

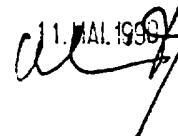
O perfume pode igualmente ser adsorvido num material
transportador poroso, que pode ser um material polimérico.
Ver por exemplo, a Patente Inglesa Publicada 2.066.839,
35 Bares e al. (pedida em nome de Vysoka Skola

11. MAR. 1986


1 Chemicko Technologika), publicada em 15 de Julho de 1981
Estes processos podem igualmente ser utilizados para mas-
5 carar maus-cheiros numa composição ou para proteger o
perfume da degradação devido aos componentes adstringen-
tes de uma composição para lavandaria. Tais processos
proporcionarão estes benefícios apenas para composições
em pó seco ou granulares porque, logo que o polímero é
10 hidratado, o perfume é libertado. Assim, estes processos
proporcionam benefícios de fragrancia perfumada quando
se abre o produto e se despeja na máquina de lavar. Embo-
ra estes benefícios sejam desejáveis, seriam ainda mais
se um método que permitisse a distribuição do
perfume não diluído, não dissipado e não alterado e com
15 libertação do perfume na final do processo de lavagem de
modo que o tecido ficasse com o odor perfumado desejado.

É claro que um processo para obter este fim é co-
locar-se o perfume dentro de um produto que vá directa-
20 mente para o secador. Desta forma, o perfume é transmi-
tido para o tecido no ciclo de secagem. Tal método é
descrito em ambas as patentes U.S. 4.511.495, Melville,
emitida em 16 de Abril de 1985 e U.S. 4.636.330, Melvil-
le, emitida em 13 de Janeiro de 1987. Ambas descrevem
a formação de perfume em partículas com um vácuo.
25 Aquelas são então formuladas numa composição que é apli-
cada aos têxteis antes de serem colocados no secador ou
antes de serem colocados a secar na corda.

30 Um processo ainda mais desejável para se transmi-
tir o perfume à roupa lavada seria aquele que proporcio-
nasse protecção do perfume durante o processo de lava-
gem e portanto a transmissão do perfume

11. MAI. 1998


1 Tal processo deve permitir a prevenção da diluição, degradação ou perda do perfume durante o ciclo de lavagem do processo de lavanderia. Isto é feito por
5 meio da utilização de um sistema que liberta o perfume no processo de secagem ou mais tarde, depois do perfume ter sido transmitido ao tecido. A prevenção da libertação do perfume durante o processo de lavagem envolve uma tecnologia muito diferente e mais difícil. Tal protecção tem de ser estável, não apenas nas condições de elevada temperatura do banho como também contra a degradação devida à água e outros produtos químicos adstringentes existentes no processo de lavagem, tais como enzimas, branqueadores, agentes tensio-activos, etc.

15 Um processo desenvolvido para proporcionar esses benefícios é a micro-encapsulação dos perfumes. Aqui o perfume compreende o núcleo de uma cápsula que é completamente revestida com um material que pode ser polimérico. As Patentes U.S. 4.145.184, Brain e al, emitida
20 em 20 de Março de 1979 e U.S. 4.234.627, Schiling, emitida em 18 de Novembro de 1980, descreve a utilização de um material de revestimento duro que, essencialmente, proíbe a difusão do perfume para fora dele. O perfume é transmitido ao tecido por meio de micro-cápsulas e é
25 depois libertado por meio de rotura das microcápsulas, como ocorreria com a manipulação do tecido.

30 Um processo mais desejável envolveria a possibilidade de protecção do perfume ao longo do ciclo de lavagem e libertação do perfume nas condições de elevado calor do secador. A Patente U.S. 4.096.072, Brock e al, emitida em 20 de Junho de 1978, descreve um processo de transmissão de agentes condicionadores de tecidos a
35 teis através do ciclo de lavagem e secagem por meio de partículas contendo óleo fundido hidrogenado e um sal

11 MAI, 1987
al

1 gordo de amônio quaternário. O perfume pode ser incor-
porado nessas partículas. Não obstante, não é claro se
o perfume assim incorporado é libertado no ciclo de la-
vagem ou, mais desejavelmente, transportado nas particu-
5 las para o secador e libertado aí, quando as partículas
amolecerem.

10 A Patente U.S. 4.402.856, Schnoring e al, emitida em 6 de Setembro de 1983, descreve uma técnica de micro-encapsulação que envolve a formulação de um material de concha, que apenas permitirá a difusão do perfume a determinadas temperaturas. Isto permite a manutenção das partículas de perfume ao longo do armazenamento e
15 adicionalmente ao longo do ciclo de lavagem. As partículas aderem ao tecido e são transportados para o secador. A difusão do perfume para fora das cápsulas apenas ocorre nas condições de temperatura elevada do secador. Estas partículas são feitas de gelatina, um polímero aniônico e um agente endurecedor.
20

25 A Patente U.S. 4.152.272, Young, Emitida em 1 de Maio de 1979, descreve a incorporação de perfume em partículas de cera para proteger o perfume ao longo do armazenamento em composições secas e ao longo do processo de lavagem. O perfume difunde-se então através da matriz de cera das partículas para o tecido, nas condições de alta temperatura do secador.

30 Seria desejável proporcionar composições compreendendo partículas de perfume que pudessem ser incorporadas em composições líquidas, bem como granulares ou em pó e proporcionar estabilidade de armazenagem a longo prazo.

35 Seria desejável proporcionar um processo para se

transmitir uma grande variedade de materiais perfumados a tecidos ou outras superfícies durante o processo de limpeza.

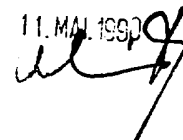
Seria ainda mais desejável possuir-se uma composição de lavagem ou condicionamento, que proporcionasse um melhor odor ao produto, melhor odor do perfume libertado durante o processo de limpeza e melhor odor e intensidade do perfume transmitido à superfície a ser limpa.

O presente invento refere-se a partículas perfumadas com um tamanho médio inferior a cerca de 350 microns (preferivelmente um tamanho médio não superior a 150 microns, especialmente partículas na gama dos 40-150 microns de tamanho médio) que compreende entre cerca de 5% a cerca de 70% de um perfume disperso em de cerca de 30% a cerca de 95% de um material transportador polimérico insolúvel em água, com um peso molecular de entre cerca de 100 e cerca de 30.000, um ponto de fusão de entre cerca de 37°C e cerca de 190°C e um valor de dureza de entre cerca de 0,1 e cerca de 15,0.

O presente invento relaciona-se ainda com composições detergentes que compreendem entre cerca de 1% e cerca de 90%, preferivelmente entre cerca de 5% e cerca de 50% e mais preferivelmente entre cerca de 10% e cerca de 40%, de um agente tensioactivo seleccionado do grupo constituído por agentes tensioactivos aniónicos, não-iónicos, de ião híbrido ou hermafrodita (zwitterion), anfóliticos, catiónicos e suas misturas e uma quantidade das partículas perfumadas conforme descrito acima, de modo que a composição detergente compreenda entre cerca de 0,001 e cerca de 10%, de preferência de cerca de 0,1% a cerca de 3,0% de perfume. Entendemos ião híbrido ou hermafrodita (zwitterion) como molécula que contém simultaneamente um catião e um anião.

O presente invento refere-se ainda a composições

11. MAI. 1990

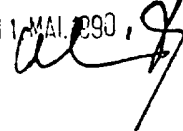


1 condicionadoras que compreendem entre cerca de 1% e cerca
de 90%, preferivelmente de cerca de 1% a cerca de 50%,
5 mais preferivelmente de cerca de 3 a cerca de 35% de um
agente condicionador seleccionado do grupo constituído
por amaciadores catiónicos; e uma quantidade de partí-
culas perfumadas conforme descrito acima, de forma que
a composição condicionadora compreenda entre cerca de
10 0,001% e cerca de 10%, preferivelmente de cerca de 0,1%
a cerca de 3,0% de perfume.

O presente invento permite a preservação, protec-
ção e transferência de perfume contidos em composições
de limpeza e de condicionamento durante armazenamento
15 prolongado e condições duras de lavagem. Tal é consegui-
do através do isolamento do perfume num material trans-
portador sob a forma de pequenas partículas. Os compo-
nentes individuais do invento serão agora discutidos em
pormenor.

20 As partículas de perfume do presente invento com-
preende perfume disperso em determinados materiais de
transporte.

25 No contexto desta descrição, o termo "perfume"
significa qualquer material odorífero ou qualquer mate-
rial que actue como supressor de maus-cheiros. Geral-
mente tais materiais são caracterizados por uma pressão
de vapor maior do que a pressão atmosférica à temperatu-
ra ambiente, mas podem igualmente ser sólidos tais como
30 os vários perfumes canforáceos conhecidos na técnica.
Uma grande variedade de produtos quimicos é conhecida pa-
ra utilização em perfumaria, incluindo materiais tais
como aldeídos, cetonas, esteres e semelhantes. Mais vul-
garmente, óleos vegetais e animais que ocorrem natural-
35 mente e exsudatos que compreendem misturas complexas de

11 MAI 1990


1 vários componentes químicos, são conhecidos para uso co-
mo perfume e tais materiais podem aqui ser utilizados.
Os perfumes aqui utilizados podem ser relativamente sim-
ples na sua composição ou compreenderem misturas comple-
5 xas, altamente sofisticadas de componentes químicos na-
turais e sintéticos, todos escolhidos para proporciona-
rem qualquer odor desejado.

10 Perfumes típicos aqui utilizados podem compreender
por exemplo, bases madeira/terra contendo materiais exó-
ticos tais como óleo de sandão, óleo de pachuli e seme-
lhantes. Os perfumes aqui indicados podem ser uma fra-
grancia ligeira, floral, por exemplo, extracto de rosa,
15 extracto de violeta e semelhantes. Estes perfumes podem
ser formulados para proporcionarem desejáveis odores de
frutos, por exemplo, lima, limão, laranja e semelhantes.
Perfumes adequados incluem ambreta almiscarada, acetona
almiscarada, tibetina almiscarada, xilol almiscarado, au-
rantol, etil vanilina e suas misturas.
20

Materiais perfumados como esses encontram-se des-
critos mais completamente em S.Arctander, Perfume Flavors
and Chemicals, Vols I e II Aurthor, Montclair, N.J., e
25 Merck Index, 8ª Edição, Merck & co. Inc. Rahway, N.J.,
ambos aqui incorporados como referências.

Resumindo qualquer material quimicamente compa-
tível que exsude um odor agradável ou de qualquer outra
forma desejável pode ser usado nas partículas perfumadas
30 aqui referidas, para proporcionarem um odor desejável
quando aplicados a tecidos.

Perfumes normalmente sólidos podem igualmente ser
empregues no presente invento. Estes podem ser mistura-
dos com um agente liquefactor tal como um solvente antes
35



1 da incorporação nas partículas, ou podem ser simplesmente fundidos e incorporados, desde que o perfume não sublima ou se decompõe quando aquecido.

5 O invento abrange ainda a utilização de materiais que actuam como supressores dos maus-cheiros. Estes materiais, embora denominados "perfumes" daqui em diante, podem não ter eles próprios um odor discernível, mas podem esconder ou reduzir quaisquer odores desagradáveis.

10 Exemplos de supressores de maus-cheiros adequados são descritos na Patente U.S. Nº. 3.102.101, emitida em 27 de Agosto de 1963, a favor de Hawley e al.

15 As partículas perfumadas do presente invento podem compreender perfumes que não são normalmente usados para transmitirem fragrância a uma superfície, tal como a de um tecido, durante o processo de lavagem. Materiais perfumados que são muito voláteis, instáveis ou solúveis nas composições particulares a serem utilizadas

20 para transmitir o perfume, podem ser usados no presente invento porque o perfume está isolado da composição, no interior das partículas. Materiais perfumados que não são substantivos para os tecidos no processo de lavagem, podem igualmente ser usados no presente invento, dado

25 que as partículas transmitem o perfume à superfície do tecido onde ele é libertado. Assim, a utilização do presente invento para transmitir um perfume a uma superfície alarga o tipo de materiais perfumados que pode ser utilizado.

30 Geralmente as partículas perfumadas do presente invento compreenderão entre cerca de 5% e cerca de 70%, de preferência entre cerca de 5% e cerca de 50% de perfume. A quantidade exacta de perfume usada nas partículas,

35 dependerá da intensidade da fragrância particular



1 utilizada e do efeito odorífero desejado.

5 Os materiais de transporte das partículas perfumadas têm de preencher determinados critérios para serem úteis no presente invento. Em primeiro lugar o material tem de ser um material polimérico insolúvel na água. Além disso, o material tem de ter um peso molecular entre cerca de 100 e cerca 30.000, preferivelmente entre cerca de 500 e cerca de 5000. O peso molecular do material pode ser calculado ou determinado por meio de qualquer medida normalizada. O material tem de ter também um ponto de fusão de entre cerca de 37°C e cerca de 190°C, tipicamente 37°C-130°C. Isto evitará a fusão das partículas no armazenamento ou na máquina de lavar, em aplicações de lavandaria. (É muito desejável ter-se um material de transporte que não se derreta completamente num secador automático, para se evitar o bloqueamento do painel de linho e um aumento excessivo do calor do secador). O ponto de fusão do material de transporte não deverá também ser tão elevado que ultrapasse um ponto, a partir do qual o perfume a ser combinado com ele se decomponha. O ponto de fusão do material veículo é medido por meio daquilo a que se chama o processo de ponto de fusão por gotejamento. O Test Method D127-63 da American Society for Testing and Materials (ASTM) (reaprovado em 1982, aqui incorporado como referência). Resumidamente, este processo envolve o seguinte. A amostra a ser medida é depositada sobre o bulbo de um termómetro mergulhando-se um termómetro gelado na amostra fundida. O termómetro com a amostra sobre ele, é depois colocado num tubo de ensaio e aquecido por meio de um banho de água, até a amostra fundir e a primeira gota cair do termómetro. A média das temperaturas a que as gotas da amostra caem é o ponto de fusão da

10

15

20

25

30

35

11 MAR 1993



amostra.

O material polimérico deve igualmente ter uma dureza particular. Este valor de dureza pode ser medido por meio do processo de ensaio normalizado da penetração de uma agulha em cerca de petróleo. Test Method D1321-86 ASTM (aqui incorporado como referência). Resumidamente este processo envolve, primeiro, a fusão e depois o aquecimento da amostra a ser ensaiada até 17°C (30°F) acima do seu ponto de congelação. A amostra é depois vertida num contentor e arrefecida com ar sob condições controladas. A amostra é depois condicionada à temperatura de ensaio num banho de água. A penetração é depois medida com um penetrómetro, o qual aplica uma agulha normalizada à amostra durante cinco segundos a uma carga de 100 gramas. O valor de penetração ou dureza é a profundidade, em décimos de milímetro, a que a agulha normalizada penetra na cera sob essas condições definidas. O valor de dureza do material de transporte deve ser de entre cerca de 0,1 e cerca de 15, preferivelmente entre 0,1 e 8, para ser útil no presente invento. Isto permitirá que as partículas tenham uma dureza que optimize a protecção/preservação do perfume no veículo.

O material transportador tem também de ser inerte ao perfume e relativamente inodoro. O material deve permitir a difusão do perfume através dele. O material veículo deve também ser de tal tipo que se funda sem decompor.

Exemplos não limitativos de materiais de transporte úteis incluem polietilenos, poliamidas, polistirenos, poliisoprenos, policarbonatos poliesteres, poliacrilatos, polímeros de vinilo e poliuretanos e suas misturas, que preencham os critérios acima, por exemplo que sejam insolúveis na água, tenham um peso molecular entre

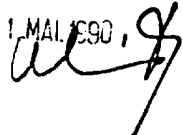
11 MAI 1991
al

cerca de 100 e cerca de 30.000, tenham um ponto de fusão entre cerca de 37°C e 190°C e um valor de dureza entre 0,1 e 15.

Um material veículo que preenche todos estes critérios especificados é vendido sob a marca POLYWAX 2000 pelo Petrolite Specialty Polymers Group. Este material é POLIETILENO com um peso molecular de cerca de 2000, um ponto de fusão de cerca de 126°C (259°F) e um valor de dureza (medido conforme acima) a 25°C (77°F) de cerca de 0,5. Outro material que preenche esses critérios é o POLYWAX 1000 (também vendido pelo Petrolite Specialty Polymers Group). Este material é também um polietileno com um peso molecular de cerca de 1000, um ponto de fusão de cerca de 114°C (237°F) e tem um valor de dureza a 25°C (77°F) de cerca de 0,1. Outro desses materiais é o POLYWAX 500.

Pode ser desejável utilizar-se uma mistura de diferentes materiais de transporte nas partículas perfumadas do presente invento, por exemplo, uma mistura de um material polimérico e uma quantidade menor de um material ceroso. Exemplos de materiais cerosos úteis incluem os materiais vendidos sob as marcas BOLER 1014, STARWAX 100 e VICTORY, todos comercializados por Boler Petroleum Company. Tal mistura pode permitir melhores propriedades de deposição, porque as partículas com ele terão uma superfície mais "pegajosa". Um grande número de combinações de materiais são possíveis pretende-se que sejam abrangidas pelo presente invento, desde que a mistura final de material veículo preencha os critérios acima esboçados.

A escolha do material veículo a ser usado nas partículas de perfume do presente invento, dependerá em cer

11. MAR. 1990, 9


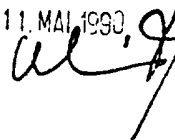
1 to grau do particular perfume a ser usado. Alguns per-
fumes necessitarão de uma maior quantidade de protecção
do que outros e o material veículo a ser usado com eles
5 deve ser escolhido em conformidade.

10 Geralmente as partículas perfumadas do presente
invento compreenderão entre cerca de 30% e cerca de 95%,
preferivelmente de entre cerca de 50% e cerca de 95% de
material veículo. Uma vez mais, isso pode variar com o
tipo e a quantidade do perfume particular a ser usado.

15 As partículas contendo perfume são feitas como
segue. O material veículo é inicialmente aquecido len-
tamente até ao seu ponto de fusão. O material não é
aquecido mais do que o necessário para fundir apenas a
substancia. O perfume é depois rapidamente adicionado
geralmente sob a forma de um liquido ou de um óleo, à
temperatura ambiente, à substancia veículo fundida. Os
20 dois são rapidamente misturados numa mistura homogênea
e depois rapidamente arrefecida com azoto liquido (ou
gêlo seco ou quaisquer outros meios que arrefeçam depres-
sa a mistura) até que ela se tenha solidificado comple-
tamente. O material sólido é depois subdividido, geral-
mente por meio de esmagamento ou moagem, para produzir
25 partículas com o tamanho médio desejado. Outros proces-
sos, como o arrefecimento por aspersão ou extrusão podem
também ser usados para subdividir as partículas.

30 As partículas de perfume deverão ser feitas para
terem um tamanho de partícula inferior a 350 microns.
(Por "tamanho" quer-se aqui significar um diâmetro mé-
dio de partículas para substâncias substancialmente es-
féricas ou o tamanho do maior diâmetro ou dimensão das
partículas não esféricas. Para as partículas revestidas
35 o "tamanho" inclui o revestimento). Partículas de ta-

11. MAI. 1990



1
manhos superiores àquele podem separar-se mais rapida-
mente da superfície em que estão depositadas e não pro-
porcionam uma área de superfície suficientemente grande
5 para libertar o perfume ao ritmo desejado. Da mesma for-
ma, partículas maiores do que aquelas podem tornar-se a-
parentes na superfície a ser tratada. As partículas si-
tuadas na extremidade inferior desta gama, isto é, infe-
riores a cerca de 100 microns, tendem a aderir bem à su-
10 perfície a que são aplicadas, mas libertam o perfume mui-
to mais facilmente do que partículas maiores, de forma
que o perfume pode dissipar-se durante o armazenamento.
Pode ser necessária protecção adicional para as partícu-
las deste tamanho, para as tornar úteis no presente in-
15 vento. Por exemplo, estas partículas mais pequenas po-
dem compreender materiais poliméricos de transporte que
sejam especialmente seleccionados para proporcionarem
uma protecção adicional ao perfume. Além disso, se as
partículas estiverem incorporadas numa composição liqui-
da que tenha uma viscosidade relativamente elevada, o
20 perfume não se difundirá tão facilmente das partículas.
Finalmente, as partículas podem ser revestidas com um
material que abrande o ritmo de difusão do perfume atra-
vés dele.

25 Se as partículas a ser utilizadas não estiverem
protegidas por intermédio de qualquer um destes meios, o
tamanho médio das partículas será, preferivelmente, em
média superior a 100 microns. Tamanhos maiores de par-
tícula podem auxiliar a evitar a segregação das partícu-
30 las perfumadas para fora dos grânulos detergentes.

A quantidade de partículas perfumadas usadas nas
composições do presente invento, dependerá da quantidade
de perfume que se deseja aplicar a uma superfície parti-
35 cular. Por exemplo, para composições detergentes de la-

11. MAI. 1990



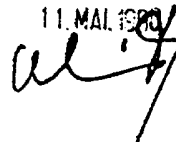
1 vandaria e condicionadores, geralmente entre cerca de
0,001% e cerca de 10%, preferivelmente entre cerca de
0,1% e cerca de 3%, são as percentagens desejáveis de
5 perfume na composição do produto.

Para melhor estabilizar perfumes particularmente
voláteis, pode ser desejável pré-carregar o perfume (is-
to é, misturar o perfume) em gel de sílica ou argila,
antes de o combinar com a substancia transportadora.
10 Alguns perfumes que não são voláteis, não necessitarão
deste tratamento especial, porque ele iria inibir a sua
libertação da substancia portadora de forma demasiada.
O objectivo é a optimização do ritmo a que o perfume é
libertado e este passo adicional permite um melhor con-
15 trollo do ritmo, com alguns dos perfumes mais voláteis.

Para proteger ainda mais as partículas que contém
o perfume, pode ser desejável revestir as partículas per-
fumadas com um material que evite que o perfume se di-
20 funda para fora das partículas com tanta facilidade, ao
longo de prolongados periodos de armazenamento. Este
processo é especialmente útil quando os perfumes mais
voláteis são utilizados, ou quando são usadas partículas
de tamanho inferior a 100 microns.

25 O material de revestimento deve ser um material
que forme uma boa pelicula e tem de ser inerte em rela-
ção à composição do produto final, bem como ao material
veiculo do perfume.

30 As partículas podem ser revestidas com mais do
que um revestimento para produzirem uma partícula que
tenha mais do que uma camada de material de revesti-
mento. Diferentes materiais de revestimento podem ser es-
35 colhidos para proporcionarem diferente protecção ao per-



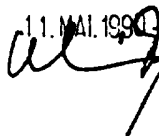
1 fume, conforme necessário.

5 As partículas individuais que contém perfume podem também ser aglomeradas com o material de revestimento para proporcionarem partículas maiores, que compreendem um certo número de partículas contendo perfume individuais. Este material aglomerante que rodeia as partículas proporciona uma barreira adicional à difusão do perfume para fora das partículas. Uma tal abordagem minimiza também a área de superfície das partículas livres susceptíveis de difundirem o perfume. A proporção das partículas perfumadas para o material aglomerado terá uma grande variação, dependendo da extensão da protecção adicional desejada. Esta abordagem de aglomeração pode ser particularmente útil com perfume muito voláteis ou perfume que são susceptíveis de degradação. A aglomeração de partículas perfumadas muito pequenas proporcionará também uma protecção adicional contra a difusão prematura do perfume.

20 Uma abordagem alternativa envolveria, primeiro o revestimento das partículas perfumadas individuais com um material de revestimento e depois a aglomeração das partículas revestidas com um outro material. A escolha dos diferentes materiais de revestimento afectará a protecção proporcionada às partículas.

30 A aglomeração das partículas deste modo pode também ser útil para evitar a segregação de pequenas partículas perfumadas dos grânulos detergentes maiores, num produto detergente granular seco.

35 Existe uma grande variedade de possibilidade que permite aplicar o efeito do perfume em vários momentos do processo de limpeza ou condicionamento. Proporcio-

11. MAI. 1991


1 nar-se menos protecção resulta num maior efeito do per-
fume no produto ou processo de lavagem/condicionamento.
5 Maior protecção resulta em maior efeito do perfume du-
rante o processo de secagem ou mesmo mais tarde, depois
da superfície ter sido tratada.

10 Pode ser proporcionada uma maior protecção por
meio da escolha do material de transporte a ser usado pa-
ra se formarem as partículas, proporção do perfume para
o material veículo presente nas partículas, escolha do
material ou materiais de revestimento (laminado) ou aglo-
meração de partículas.

15 O processo de revestimento pode ser efectuado, por
exemplo, com um revestidor Wurster de leite liquido, fa-
zendo-se primeiro uma solução aquosa do material de re-
vestimento e depois colocando-se a solução em contacto
com as partículas no revestimento de leite liquido.

20 A adição de uma substancia plastificadora ao ma-
terial de revestimento, antes do processo de revestimen-
to, melhorará ainda mais a protecção das partículas que
contém perfume. O plastificador evitará a formação de
25 fendas no material de revestimento ao longo do tempo e
ajuda a evitar que o material de revestimento se tor-
ne demasiadamente quebradiço.

30 Se as partículas perfumadas forem incorporadas num
produto seco granular ou em pó, o revestimento pode ser
de material soluvel na água. Tal material de revestimen-
to protegerá as partículas perfumadas durante o armazena-
mento do produto e depois retirado quando posto em con-
tacto com água.

35 Exemplos não limitativos de materiais de revesti-

1 mento soluveis na água adequados, incluem substancias co-
mo metil celulose, maltodextrina e gelatina. Tais revesti-
mentos podem constituir entre cerca de 1% e cerca de
5 25% em pêso das partículas.

Exemplos não limitativos de materiais plastifica-
dores adequados para utilização com estes materiais de
revestimento soluveis na água incluem glicerina, polieti-
leno glicol, polipropileno glicol e suas misturas; tri-
10 acetina; citrato de triacetina; e maltodextrinas de bai-
xo pêso molecular (DE=5); estas últimas para utilização
com as maltodextrinas. Geralmente o material plastifica-
dor constituirá cerca de 0,5%-10% empêso das partículas.

15 Para uma protecção melhorada das partículas per-
fumadas num produto liquido, é mais desejável revea-
tir as partículas com um material que seja sensível ao pH,
isto é, um material que se mantenha como revestimento na
partícula num ambiente de pH diferente. Por exemplo, tal
20 material de revestimento poderá ser usado para revestir
partículas perfumadas numa composição liquida amaciadora
de tecidos com um pH de cerca de 3. Quando tal composi-
ção é adicionada à água de lavagem onde o pH é superior
a 6, o material de revestimento poderia ser separado.
25 Isso ixigiria maior protecção do perfume nas composições
liquidas durante o periodo de armazenamento, isto é, o
perfume não se difundiria para fora da partícula, tão fa-
cilmente, no meio liquido. A difusão do perfume para fo-
ra da partícula descarnada teria então lugar depois das
30 partículas terem sido postas em contacto com um ambiente
de pH diferente.

Exemplos não limitativos de materiais de revesti-
mento sensíveis ao pH incluem resinas acrilicas, tais co-
35 mo as vendidas sob a marca EUDRAGIT comercializadas por

11. MAI 1990



1 ROHM PHARMA, materiais vendidos sob a marca AQUATERIC, comercializados por FMC Corp. e ftalato de acetato de celulose e trimeliciato, comercializados por Eastman Kodak.

5 Geralmente estes materiais de revestimento sensíveis ao pH constituirão entre cerca de 5% e cerca de 50% em peso das partículas.

10 Exemplos não limitativos de materiais plastificadores adequados para uso nestes materiais de revestimento sensíveis ao pH incluem ftalato de dietilo, citrato de tributilo, citrato de acetilbutilo e combinações de propileno glicol ou polietileno glicol com ftalato de dietilo (proporção 1:1).

15 As partículas perfumadas podem também ser revestidas com um material que torne as partículas mais substantivas para a superfície a ser tratada, por exemplo tecido no processo de lavandaria. Tais materiais ajudam a aplicar as partículas ao tecido e maximizam a libertação do perfume directamente para o tecido. Geralmente estes materiais são insolúveis na água e catiónicos. Exemplos de materiais úteis incluem qualquer dos compostos catiónicos (incluindo o imidazoliníó) listados na Patente U.S. 3.686.025, Morton, emitida em 22 de Agosto de 1972, aqui incorporada como referência. Tais materiais são bem conhecidos da técnica e incluem, por exemplo, os sais de amónio quaternário que têm pelo menos um, preferivelmente dois grupos substituintes alquil gordos $C_{10}-C_{20}$;

30 sais de imidazolinio alquilo em que pelo menos um grupo alquilo contem uma "cadeia" de carbono C_8-C_{25} ; os sais de piridinio alquilo $C_{12}-C_{20}$ e semelhantes.

35 Amaciadores catiónicos preferidos aqui utilizados

11. MAI. 1990



1 para auxiliar a deposição sobre o tecido incluem sais de
amônio quaternário da formula geral $R^1R^2R^3R^4N^+X^-$, em que
os grupos $R^1R^2R^3$ e R^4 são, por exemplo, alquilo e X^- é
5 um anião, por exemplo, haelto, metilsulfato e semelhantes,
com os sais de cloreto e metilsulfato a serem preferidos.
Materiais especialmente preferidos são aqueles em que R^1
e R^2 são, cada um deles, $C_{12}-C_{20}$ alquil gordo e R^3 e R^4
são, cada um deles, C_1-C_4 alquilo. Os grupos alquilo
10 gordos podem ser misturados, isto é, os compostos quater-
nários de seboalquilo $C_{14}-C_{18}$ misturados. Os grupos al-
quilo R^3 e R^4 são, preferivelmente, metilo.

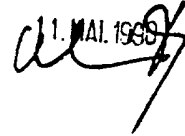
15 Amaciadores de amônio quaternário aqui utilizáveis
incluem, exemplarmente, diseboalquildimetilamônio metil-
sulfato, diseboalquildimetilamônio cloreto, dicocoalquil-
dimetilamônio metilsulfato e dicocoalquildimetilamônio
cloreto.

20 Geralmente estes materiais de revestimento consti-
tuirão entre cerca de 1% e cerca de 25% das partículas
perfumadas.

25 Materiais alternativos utilizáveis para revestir
as partículas perfumadas em causa, para as tornarem mais
substantivas para os tecidos, encontram-se descritos na
Patente U.S. 4.234.627, Schilling, emitida em 18 de No-
vembro de 1980, aqui incorporada como referência.

30 Outros materiais ainda que podem ser úteis para
este fim incluem silicones e aminas.

35 Estes tipos de materiais de revestimento podem
ser usados isolados ou em combinação com materiais de re-
vestimento solúveis na água ou sensíveis ao pH acima des-
critos, para proporcionarem um revestimento laminado

11. MAI. 1968


1 As partículas perfumadas do presente invento podem
ser incorporadas numa grande variedade de composições que
aplicam perfume a uma superfície. Uma aplicação especi-
5 almente apropriada é em produtos para lavandaria. A apli-
cação do perfume ao tecido durante o processo de lavagem
não é uma tarefa simples. O presente invento resolve nes-
te contexto muitos dos problemas geralmente associados
com a aplicação do perfume, por exemplo, estabilidade do
10 perfume na armazenagem do produto ao longo de extensos pe-
riodos de tempo ou devido à incompatibilidade do perfume
com os componentes convencionais das composições para la-
vagem, tais como branqueadores, enzimas, etc. e diluição
e degradação do perfume no processo de lavagem.

15 As partículas perfumadas do presente invento podem
ser incorporadas em composições detergentes para lavagem
granulares ou líquidas de tipo convencional. Estas podem
conter entre cerca de 1% e cerca de 90%, preferivelmente
entre cerca de 5% e cerca de 50%, mais preferivelmente en-
20 tre cerca de 10% e cerca de 40% em peso de agente tensio-
-activo seleccionado de entre agentes-tensio-activos ani-
-ónicos, não iónicos, zwitteriónicos, anfotéricos, cati-
-ónicos e suas misturas.

25 Uma lista típica das classes e espécies desses a-
gentes tensio-activos é fornecida na Patente U.S. Nº.
3.663.961, emitida a favor de Norris em 23 de Maio de 1972,
aqui incorporada como referência.

30 Agentes tensio-activos aniónicos sintéticos ade-
quados são os sais solúveis na água de alquil benzeno sul-
fonatos, alquil sulfatos, metil ester sulfonatos, alquil
polietoxi éter sulfatos, sulfonatos de parafina, alfa-
35 -olefina sulfonatos, alfa-sulfocarboxilatos e seus este-
res, alquil gliceril éter sulfonatos, sulfatos e sulfona-

11. MAI. 1991



1 tos de ácido gordo monoglicérido, sulfatos de alquil fe-
nol polietoxi eter, 2-aciloxi-alcano-1-sulfonato, beta-
alquiloxi alcano sulfonato e sabões.

5 Uma classe particularmente adequada de detergentes
aniônicos inclui sais solúveis na água, particularmente
os sais de metal alcalino, amônio e alcanolamônio ou pro-
10 dutos orgânicos de reação sulfurica que têm na sua estru-
tura um grupo alquilo ou alcarilo contendo entre cerca de
8 e cerca de 22, especialmente entre cerca de 10 e cerca
de 20, átomos de carbono e um grupo ácido sulfônico ou
ácido sulfurico ester (Incluído no termo "alquilo" es-
15 tá a porção alquilo dos grupos acilo). Exemplos deste
grupo de detergentes sintéticos que podem fazer parte das
composições detergentes do presente invento são os sulfa-
tos alquilo de sódio e potássio, especialmente os obtidos
por sulfatação dos átomos de carbono (C_8-C_{18}) dos álco-
ois mais elevados produzidos por redução dos glicéridos
20 de sebo ou óleo de coco e sulfonatos benzeno alquilo de
sódio e potássio, em que o grupo alquilo contem entre cer-
ca de 9 e cerca de 15, especialmente entre cerca de 11 e
cerca de 13, átomos de carbono, em configuração de cadeia
reta ou ramificada, por exemplo, os do tipo descrito nas
25 Patentes U.S. N^{os} 2.220.099 e 2.477.383 e os preparados
a partir de alquilbenzenos obtidos por alquilação com clo-
roparafinas de cadeia reta (utilizando a catálise de tri-
cloreto de alumínio) ou olefinas de cadeia reta (utili-
zando a catálise de fluoreto de hidrogênio). Especial-
30 mente válidos são os sulfonatos benzeno alquilo de cadeia
reta em que a média do grupo alquilo é de cerca de 11,8
átomos de carbono, abreviados como $C_{11,8}^{LAS}$.

35 Outros compostos detergentes aniônicos aqui refe-
ridos incluem as sulfonas de sódio $C^{10}-C^{18}$ alquil glice-

11. MAI. 1990



1
ril éter, especialmente os éteres de álcoois superiores
derivados do sebo ou do óleo de coco; sulfonatos e sul-
fatos de sódio óleo de coco ácido gordo monoglicéridos e
5 sais de sódio e de potássio de óxido alquil fenol etile-
no éter sulfato contendo cerca de 1 a cerca de 10 unida-
des de óxido de etileno por molécula e em que o grupo al-
quilo contem cerca de 8 a cerca de 12 átomos de carbono.

10 Outros compostos detergentes aniônicos úteis in-
cluem sais solúveis na água de esteres de ácidos gordos
alfa-sulfonados contendo entre cerca de 6 e cerca de 20
átomos de carbono no grupo ácido gordo e entre cerca de
1 e 10 átomos de carbono no grupo ester; sais solúveis
15 na água de ácidos 2-aciloxialcano-1 sulfônicos contendo
entre cerca de 2 e 9 átomos de carbono no grupo acilo e
entre cerca de 9 e cerca de 23 átomos de carbono na por-
ção alcano; sulfatos de alquil eter contendo entre cer-
ca de 10 e 18, especialmente cerca de 12 a 16 átomos de
carbono no grupo alquilo e entre cerca de 1 e 12, espe-
20 cialmente 1 a 6, mais especialmente 1 a 4 moles de óxi-
do de etileno; sais solúveis na água de sulfonatos de
olefina contendo entre cerca de 12 e 24, preferivelmente
cerca de 14 a 16, átomos de carbono, especialmente os
obtidos por reacção com trióxido de enxofre seguida por
25 neutralização sob condições tais, que quaisquer sultonas
presentes são hidrolisadas para os sulfonatos hidroxial-
canos correspondentes; sais solúveis na água de sulfona-
tos de parafina contendo entre cerca de 8 e 24, especial-
mente 14 a 18 átomos de carbono, e sulfonatos beta-alqui-
loxi alcanos contendo entre cerca de 1 a 3 átomos de car-
bono no grupo alquilo e entre cerca de 8 e 20 átomos de
carbono na porção alcano.

30
35 As cadeias alcano dos agentes tensio-activos não-
-sabões aniônicos precedentes podem ser derivados de fon

11 MAY 1990

tes naturais tais como o óleo de coco ou sebo ou podem ser obtidos sinteticamente como, por exemplo, utilizando-se os processos de Ziegler ou Oxo. A solubilidade na água pode ser conseguida utilizando-se catiões de metal alcalino, amônio ou alcanolamônio; prefere-se o sódio, Magnésio e cálcio são catiões preferidos nas circunstâncias descritas na Patente Belga Nº. 843.636, Jones e al, emitida em 30 de Dezembro de 1976. Misturas de agentes tensio-activos são contempladas por este invento; uma mistura preferida contem sulfonato alquil benzeno com 11 a 13 átomos de carbono no grupo alquilo ou sulfonato de parafina com 14 a 18 átomos de carbono e, ou um sulfato alquilo com 8 a 18, preferivelmente 12 a 18 átomos de carbono no grupo alquilo, ou um sulfato de álcool alquil polietoxi com 10 a 16 átomos de carbono no grupo alquilo e um grau médio de etoxilação de 1 a 6.

Materiais etoxilados não-iônicos tensio-activos podem ser definidos de forma lata como compostos produzidos pela condensação de grupos etileno óxido (de natureza hidrófila) com um composto orgânico hidrófobo, que pode ser de natureza alifática ou alquil aromática. O comprimento do grupo polioxi-etileno que é condensado com qualquer grupo hidrófobo particular pode ser facilmente ajustado para fornecer um composto solúvel na água como um grau desejado de equilíbrio entre os elementos hidrófilos e hidrófobos. Geralmente, os agentes tensio-activos etoxilados não-iônicos adequados para uso aqui têm um conteúdo médio de etilenoxi na gama de entre cerca de 35% e cerca de 70%, em peso do agente tensio-activo.

Exemplos de agentes tensio-activos não iônicos adequados, incluem os produtos de condensação de álcoois alifáticos primários e secundários com 8 a 24 átomos de carbono, em cadeia reta ou cadeia ramificada, com entre

11. MAI. 1990



2 e cerca de 18 moles de óxido de alquilenos por mole de álcool. Preferivelmente, o álcool alifático compreende entre 9 e 15 átomos de carbono e é etoxilado com entre 2 e 9, desejavelmente entre 3 e 8 moles de óxido de etileno por mole de álcool alifático. Tais agentes tensio-activos não-iônicos são preferidos do ponto de vista de proporcionarem de boa a excelente detergência no seu efeito sobre manchas de gordura ou de óleo e na presença de agentes tensio-activos sensíveis à dureza aniônicos tais como sulfonatos alquil benzeno. Os agentes tensio-activos preferidos são preparados a partir de álcoois primários como não mais do que cerca de 50% de ramificação nas cadeias, isto é, que são ou lineares (tais como os derivados de gorduras naturais e preparados pelo processo de Ziegler para o etileno, por exemplo, miristilo, cetilo, estearilo como álcoois) ou parcialmente ramificados tais como os Dobanois e Neodois, que têm cerca de 25% de ramificações 2-metilo (Dobanol e Neodol são marcas da Shell) ou Synperônicos, que se entende que possuem cerca de 40% a 50% de ramificação 2-metilo. (Synperonic é uma marca registada da I.C.I.) Exemplos específicos de agentes tensio-activos não-iônicos que são abrangidos pelo âmbito do presente invento incluem Dobanol 45-4, Dobanol 45-7, Dobanol 45-9, Dobanol 91-3, Dobanol 91-6, Dobanol 91-8, Synperonic 6, Synperonic 9, os produtos de condensação de álcool de coco com uma média de entre 5 e 9 moles de óxido de etileno por mole de álcool, a porção alquilo do coco como entre 10 e 14 átomos de carbono e os produtos de condensação de álcool de sebo com uma média de entre 7 e 12 moles de óxido de etileno por mole de álcool, compreendendo a porção sebo essencialmente entre 16 e 22 átomos de carbono. Etoxilatos secundários lineares alquilo são também adequados nas presentes composições, por exemplo, os etoxilatos da série Tergitol que têm entre cerca de 9 e 15 átomos de

11. MAI 1990



1 carbono no grupo alquilo e até cerca de 11, especialmente entre cerca de 3 e 9 resíduos etoxi por molécula.

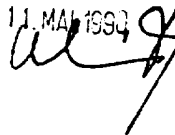
5 Dos acima referidos, altamente preferidos são agentes tensio-ativos almoxilados não-iônicos com uma HLB média situada entre 9,5 e 13,5 especialmente entre 10 e 12,5. Agentes tensio-ativos não-iônicos altamente adequados deste tipo são os álcoois etoxilados primários C_{9-15} com um grau médio de etoxilação de entre cerca de 2 e 9, mais preferivelmente entre cerca de 3 a 8.

15 Outros agentes tensio-ativos não-iônicos úteis incluem os baseados em carbo-hidratos e óxidos aminados baseados em olefinas.

20 Agentes tensio-ativos anfotéricos adequados são os derivados solúveis na água de aminas alifáticas secundárias e terciárias em que a porção alifática pode ser de cadeia reta ou ramificada e em que um dos substituintes alifáticos contem entre cerca de 8 e 18 átomos de carbono e um contem um grupo aniônico solubilizante da água, por exemplo, carboxi, sulfonato, sulfato, fosfato ou fosfonato.

25 Agentes tensio-ativos zwitteriônicos adequados são derivados solúveis na água de compostos catiónicos alifáticos de amônio fosfónico e sulfónio quaternários, em que as porções alifáticas podem ser de cadeia reta ou ramificadas e em que um dos substituintes alifáticos contém entre cerca de 8 e 18 átomos de carbono e um contem um grupo aniônico solubilizador da água.

35 Agentes tensio-ativos catiónicos que podem ser utilizados nas composições detergentes do presente invento incluem o cloreto de coco trimetilamónio.

11. MAI 1993


1 As composições detergentes do presente invento po
dem também conter entre cerca de 1% e cerca de 80%, pre-
ferivelmente de cerca de 5% a cerca de 50%, de amplificador
5 de detergência.

5 Sais ampliadores de detergência adequados aqui
utilizáveis podem ser tipos polivalentes inorgânicos ou
orgânicos ou suas misturas. Exemplos não limitativos a-
dequados de sais ampliadores detergentes alcalinos inor-
10 gânicos solúveis na água incluem carbonatos, boratos,
fosfatos, polifosfatos, tripolifosfatos e bicarbonatos
de metal alcalino.

15 Exemplos de sais ampliadores de detergência alca-
linos orgânicos adequados são:

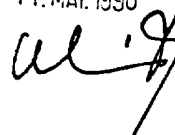
(1) Amino poliacetatos solúveis na água, por exem-
plo, etilenodiaminoacetatos de sódio, nitrilotriacetatos
de sódio ou potássio e N-(2-hidroxietil)nitrilodiacetatos
20 de sódio e potássio;

-(2) Sais solúveis na água de ácido fitico, por exem-
plo, fitatos de sódio e potássio;

(3) Polifosfonatos solúveis na água, incluindo
25 sais de sódio, potássio e lítio do ácido etano-1-hidroxi-
-1,1-difosfônico; sais de sódio, potássio e lítio de á-
cido metilenodifosfônico e semelhantes.

(4) Policarboxilatos solúveis na água tais como
30 os sais de ácido láctico, ácido glicólico e derivados
etéricos dos mesmos conforme descrito nas Patentes Bel-
gas Nº.821.368, 821.369 e 821.370: os materiais descri-
tos na Patente U.S. 4.663.071, Bush e al, emitida em 5
de Maio de 1987; ácido succínico, ácido malônico, ácido
35 (etilenodioxi) diacético, ácido meleico, ácido diglicó-

11. MAI. 1990



lico, ácido tartárico, ácido tartrónico e ácido fumárico; ácido cítrico, ácido aconítico, ácido citracónico, ácido carboximetiloxisuccínico, ácido lactoxisuccínico e ácido 2-oxi-1,1,3-propano-tricarboxílico; ácido oxidisuccínico, ácido 1,1,2,2-etano tetracarboxílico, ácido 1,1,3,3-propano tetracarboxílico e ácido 1,1,2,3-propano tetracarboxílico; cis-ciclopentano, cis, ácido cis-tetracarboxílico, ácido ciclopentadienido penta-carboxílico, 2,3,4,5-tetrahidrofurano-cis, cis, ácido cis-tetracarboxílico, 2,5-tetrahidrofurano-cis-dicarboxílico ácido, ácido 1,2,3,4,5,6-hexano-hexacarboxílico, ácido melítico, ácido piromelítico e os derivados ftálicos ácidos descritos na Patente Inglesa 1.425.343.

Misturas de ampliadores orgânicos e/ou inorgânicos podem ser aqui utilizados. Uma tal mistura de ampliadores é descrita na Patente Canadiana Nº. 755.038, por exemplo, uma mistura ternária de tripolifosfato de sódio, nitrilotriacetato trisódio e trisódio etano-1-hidroxi-1,1-difosfonato.

Uma outra classe de sais ampliadores é o tipo de silicato de alumínio insolúvel que funciona por meio de troca de catiões para remover a dureza polivalente mineral e os iões de metais pesados da solução. Um amplificador preferido deste tipo tem a formulação $\text{Na}_z(\text{AlO}_2)_z(\text{SiO}_2)_y \cdot x\text{H}_2\text{O}$, em que Z e Y são números inteiros de pelo menos 6, a proporção molar de z para y situa-se na casa dos 1,0 a cerca de 0,5 e X é um número inteiro situado entre 15 e cerca de 264, composições que integram sais ampliadores deste tipo constituem o objecto do Pedido de Patente Inglesa Nº. 1.429 143, publicado em 24 de Março de 1976, do Pedido de Patente Alemã Nº. OLS2. 433,485, publicado em 6 de Fevereiro de 1975, OLS 2.525.778, pu-

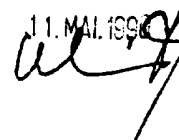
11 MAR 1988


1 blicado em 2 de Janeiro de 1976 e Patente U.S. 4.605.509, Corkill e al, emitida em 12 de Agosto de 1986, cujas des-
crições são aqui incorporadas como referência.

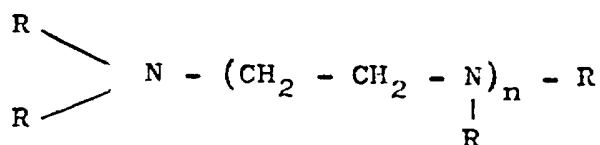
5 Outro componente adequado do presente invento é um sal de magnésio solúvel na água que é adicionado a ni-
veis de entre cerca de 0,015% e cerca de 0,2%, de prefe-
rência entre cerca de 0,03% e cerca de 0,15% e mais pre-
10 ferivelmente entre cerca de 0,05% e cerca de 0,12%, em
pêso das composições (com base no pêsso do magnésio).
Sais de magnésio adequados incluem sulfatos de magnesio,
hepta-hidrato de sulfato de magnésio, cloreto de magné-
sio, hexa-hidrato de cloreto de magnésio, fluoreto de ma-
15 gnésio e acetato de magnésio, de modo desejável o sal de
magnésio é adicionado à composição como parte da mistura
da pasta aquosa de base e depois convertido para a forma
granular sêca, por

20 As composições de detergentes do invento podem tam-
bém ser suplementadas por branqueadores, especialmente te-
tra-hidrato de percarbonato de sódio ou percarbonato de
sódio a níveis de entre cerca de 5% e cerca de 50%.
25 Exemplos de composições para lavandaria que contém agen-
tes branqueadores que são utilizáveis no presente inven-
to são descritos nas Patentes U.S. 4.412.934, Chung e al,
emitida em 1 de Novembro de 1983; U.S. 4.539.130, Thom-
pson e al, emitida em 3 de Setembro de 1965; e U.S.
30 4.681.695, Divo, emitida em 21 de Julho de 1987. As par-
ticulas perfumadas da presente composição são particular-
mente úteis em tais composições, porque o perfume é prote-
gido da degradação provocada pelo branqueador.

35 As composições do presente invento podem também
incluir entre cerca de 0,05% e cerca de 0,6% (com base



no ácido), preferivelmente entre cerca de 0.06% e cerca de 0,3% de ácido aminopolifosfónico, ou o seu sal, com a forma geral:



em que n é um número inteiro de 0 a 3, e cada um dos R é individualmente hidrogénio ou $\text{CH}_2\text{PO}_3\text{H}_2$ desde que pelo menos metade dos radicais representados por R sejam $\text{CH}_2\text{PO}_3\text{H}_2$. Ácidos aminopolifosfónicos preferidos são escolhidos de entre nitrilotri(ácido metilenofosfónico), etileno-diaminotetra(ácido metilenofosfónico), dietileno-triamina(ácido pentametilenofosfónico) e suas misturas.

Um silicato de metal alcalino ou metal alcalino terroso, pode também estar presente nas composições do presente invento. O silicato de metal alcalino encontra-se, de preferência, presente numa concentração de entre cerca de 3% e cerca de 8%. Silicatos sólidos adequados têm um rácio molar de $\text{SiO}_2/(\text{metal alcalino})_2\text{O}$ entre cerca de 1,0 e cerca de 3,3, mais preferivelmente entre 1,5 e 2,0. Outros ingredientes adequados incluem agentes sus pensores de sujidade tais como sais solúveis na água de carboximetil celulose e de copolímero de metil vinil-eter/anidrido maleico, materiais não-iónicos de celulose tais como hidroxietil celulose e polietileno glicóis. Exemplos materiais libertados de sujidade poliméricos adequados para uso em composição detergentes do presente invento, são descritos na Patente U.S. 4.702.857, Gosselink, emitida em Outubro, 27, de 1987.

Materiais enzimáticos preferidos para utilização

1 no presente invento, incluem amilases e proteases neutras
e alcalinas existentes no mercado, convencionalmente in-
corporadas em composições detergentes. Enzimas adequa-
5 das são discutidas nas Patentes U.S. Nº.3.519.750,
3.533.139 e 4.767.557. Exemplos de enzimas adequadas in-
cluem lipase, celulase e materiais vendidos sob as Marcas
Registadas Maxatase e Alcalase.

10 Exemplos de activadores de branqueamento adequados
nas composições do invento são os precursores orgânicos
de peroxi-ácido que incluem esteres tais como acetato de
tricloroetilo, ácido acetilaceto-hidroxâmico, sulfonato
de sódio p-acetoxi benzeno, sulfonato de sódio benzoil
15 fenol benzoato de metil o-acetoxi e diacetato de Bisfe-
nol A; imidas tais como N-acetil caprolactam, N-benze-
no sulfonil ftalamida, tetra-acetiletilenodiamina, tetra-
-acetilmetilenodiamina, tetra-acetil-hexametilenodiamina
e tetra-acetilglicoril; imidazolas tais como N-acetilben-
zimidazola; oximas tais como diacetil dimetilglicoxima;
20 bem como determinados carbonatos, guanidinas, derivados
de triazina; e sulfonato de nonanoil sódio acil-oxiben-
zeno (também na forma bis).

25 As composições detergentes do presente invento po-
dem também compreender agentes amaciadores de tecidos.
Exemplos de tais materiais incluem argilas do tipo esmec-
tite, tais como a bentonite, óxido de polietileno com um
pêso molecular de cerca de 500.000.000, e N,N-disebometil
amina. Exemplos de tais composições de lavagem e de con-
30 dicionamento são descritos nas Patentes U.S. 4.141.841,
McDonald, emitida em 27 de Fevereiro de 1979 e U.S.
4.762.645, Tucker e al, emitida em 9 de Agosto de 1988.

35 Outros componentes facultativos da composição de-
tergente incluem branqueadores halogénios (por exemplo,
dicloroisocianuratos de sódio e potássio), agentes sus-

11. MAI 1990



1 pensores de sujidade (por exemplo, carboximetilcelulose
de sódio), branqueadores de tecidos, agentes estabiliza-
dores enzimáticos, grânulos coloridos, activadores e su-
5 pressores de espumas, agentes anti-corrosivos, corantes,
encorpantes, germicidas, agentes ajustadores do pH, fon-
tes de alcalinidade não ampliadoras e semelhantes.

10 Para combinar as partículas perfumadas com uma
composição detergente granular, é mais desejável reves-
tir as partículas ou aglomerar as partículas com um agen-
te de enchimento inerte para se conseguirem partículas
com o mesmo tamanho que os grânulos. Isto permitirá uma
15 combinação homogênea das partículas e dos grânulos e evi-
tará a segregação das partículas durante o processamento,
empacotamento e envio. Geralmente, os grânulos detergen-
tes têm um tamanho de cerca de 100-1000 microns (diâme-
tro médio). Materiais de enchimento inertes insolúveis
na água adequados incluem metil celulose, malto dextrina
20 e gelatina. As partículas podem ser revestidas ou aglo-
meradas utilizando-se um revestidor Wurster de leite li-
quido para, em primeiro lugar, fazer uma solução aquosa
do material aglomerante e depois pôr a solução em contac-
to com as partículas no revestidor de leite líquido.

25 As partículas perfumadas podem ser misturadas sim-
plesmente nas composições detergentes líquidos. Exemplos
de composições detergentes líquidas para lavanderia ade-
quadas à utilização no presente invento, incluem as das
30 Patentes U.S. 4.490.285, Kenbali. emitida em 25 de De-
zembro de 1984 e U.S. 4.507.219 Hughes, emitida em 26 de
Março de 1985. Não obstante, partículas perfumadas po-
dem primeiramente ser revestidas com um material sensi-
vel ao pH conforme descrito acima, para evitar ainda me-
lhor a difusão prematura do perfume para fora das partí-
35 culas.

11. MAI. 1990

al. 9

1 A partícula preferida pode também ser utilizada
com um produto para lavandaria laminado, formado por duas
camadas de tecido insolúvel na água, de que pelo menos
5 uma é permeável à água, as quais são laminadas conjunta-
mente. Pelo menos uma das camadas tem depressões em forma
de taça, rodeadas por aros estando a outra camada ligada
à primeira pelos aros a fim de separar fisicamente as ta-
ças. Podem ser utilizadas as camadas de papel de seda
10 descritas na Patente U.S. 4.529.480. Trokhan, emitida em
16 de Julho de 1985. Outros materiais que podem ser uti-
lizados para formar laminados adequados estão descritos
nas Patentes U.S. 4.571.924, Bahrani, emitida em 25 de
Fevereiro de 1986 e 4.638.907, Bedenk e al, emitida em 27
15 de Janeiro de 1987. Composições detergentes adequadas
para utilização com tais produtos de lavagem laminados,
são descritas, por exemplo, na Patente U.S. 4.715.979.
Moore e al, emitida em 29 de Dezembro de 1987.

20 Pode ser também desejável adicionar perfume à com-
posição, tal como é sem a protecção das partículas. Tal
carga de perfume permitirá uma fragancia esteticamente a-
gradável da própria composição. Ao abrir-se a embalagem
que contem a composição e quando o produto é adicionado
25 à água, esta libertação imediata da fragancia pode ser de-
sejável.

30 Este perfume será adicionado por meios convencio-
nais, por exemplo, mistura, tal como é numa composição li-
quida ou pulverização sobre composições de produto seco.
O perfume protegido nas partículas proporciona um benefi-
cio adicional, isto é, aumenta o perfume do tecido quan-
do sai do processo de lavandaria.

35 Tipicamente, para composições detergentes de lavan-
daria, uma quantidade das partículas perfumadas é incorpo-

11. MAI. 1980

1 rada na composição de forma a proporcionar à composição
entre cerca de 0,001% e cerca de 10%, preferivelmente en
tre cerca de 0,1% e cerca de 3% de perfume.

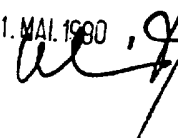
5 O uso das partículas perfumadas do presente inven
to nas composições detergentes para lavagem proporciona
um meio eficiente para a transmissão de uma grande varie
dade de materiais perfumados ao tecido. Além disso, tal
10 uso proporciona um perfum odorífero consistente ao lon
go de todo o processo de lavagem no tecido isto é, desde o
produto, até à lavagem, enxaguamento e secagem.

15 As partículas perfumadas do presente invento po
dem ser usadas numa grande variedade de outros tipos de
produtos de limpeza. Por exemplo, composições de limpe
za de superfícies duras tais como as descritas nas Paten
tes U.S. 4.005.027, Hartman, emitida em 25 de Janeiro de
1977; 3.985.668, Hartman, emitida em 12 de Outubro, de
1976; 4.414.128, Goffinet, emitida em 8 de Novembro de
20 1983; e 3.679.608, Aubert e al, emitida em 25 de Julho
de 1972, aqui incorporadas como referência, podem ser
utilizadas com as presentes partículas perfumadas e con
sideram-se abrangidas pelo escopo do presente invento.

25 Composições para "shampoo" podem também ser uti
lizadas com as partículas perfumadas do presente invento.
Tais composições são descritas nas Patentes U.S.
4.704.272, Oh e al, emitida em 3 de Novembro de 1987
4.741.855, Grote e al, emitida em 3 de Maio de 1988; e
30 4.345.080 Bolich.Jr, emitida em 17 de agosto de 1982
(composição combinada de "shampoo" e condicionar capi
lar), aqui incorporadas como referências e consideradas
abrangidas pelo escopo do presente invento.

35 Composições detergentes para lavagem de louça tais

11. MAI. 1990



1 como as composições líquidas ligeiras descritas nas Pa-
2 tentes U.S. 4.133.779, Hellyer e al, emitida em 9 de Ja-
3 neiro de 1979; 4.316.824, Pancheri, emitida em 23 de Fe-
4 vereiro de 1982; e 4.555.360, Bissett e al, emitida em
5 26 de Novembro de 1985, aqui incorporadas como referências
6 podem também ter as partículas perfumadas do presente in-
7 vento nelas incorporadas e consideram-se abrangidas pelo
8 escopo do presente invento. Composições detergentes gra-
9 nulares para máquinas de lavar louça automáticas podem
10 também ser utilizadas com as presentes partículas perfu-
11 madas. Exemplos de tais composições são descritos nas
12 Patentes U.S. 4.714.562, Roselle e al, emitida em 22 de
13 Dezembro de 1987 e 3.630.923, Simmons e al, emitida em
14 28 de Dezembro de 1971, incorporadas aqui como referên-
15 cias. Composições detergentes líquidas para máquinas au-
16 tomáticas de lavar louça como as descritas no Pedido de
17 Patente Europeia 201.496, publicado em 27 de Abril de
18 1988, aqui incorporada como referência, são também úteis
19 em combinação com as presentes partículas perfumadas.
20

21 Composições de sabão em barra podem também ser
22 utilizadas com as partículas perfumadas do presente in-
23 vento. Tais composições são descritas nas Patentes U.S.
24 4.557.853, Collins, emitida em 10 de Dezembro de 1985;
25 4.673.525, Small e al, emitida em 16 de Junho de 1987;
26 e 4.714.563, Kajas e al, emitida em 22 de Dezembro de
27 1987, todas aqui incorporadas como referência e conside-
28 radas abrangidas pelo escopo do presente invento.
29

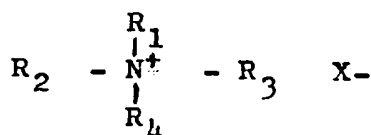
30 Composições branqueadoras para lavanderia podem
31 também ser usadas com as partículas perfumadas do presen-
32 te invento, uma vez que o produto está protegido do bran-
33 queador pelo material veículo. Exemplos de tais compo-
34 sições estão descritos na Patente U.S. 4.412.934, Chung
35

11. Mai. 1990

1 e al, emitida em 1 de Novembro de 1983 (granular sêca);
 Patente Inglesa Nº. 2.188.654, publicada em 7 de Outubro
 de 1987; e Patente U.S. 4.100.095, Hutchins, emitida em
 5 11 de Julho de 1978 (liquido), que são aqui todas incor-
 poradas como referências.

10 As partículas contendo perfume do presente inven-
 to podem também ser incorporadas em composições condicio-
 nadoras dos tecidos. Tais composições contém, tipicamen-
 te, como ingredientes activos, amaciadores catiónicos.
 Os amaciadores catiónicos úteis nas presentes composições
 condicionadoras de tecidos presentes podem ser qualquer
 um dos materiais activos catiónicos substancialmente in-
 soluveis na água geralmente reconhecidos pela técnica pe-
 15 las suas propriedades de amaciamento dos tecidos.
 Exemplos típicos são:

(a) Sais catiónicos de amónio mono nitrogénio
 quaternário com a estrutura:



25 em que R_1 é seleccionado dos grupos C_1 a C_{20} alquilo e
 alcenilo e R_2 é seleccionado do grupo constituído por
 grupos C_{14} a C_{20} alquilo e alcenilo e R_3 e R_4 são iguais
 ou diferentes um do outro e seleccionados do grupo cons-
 tituido por C_1 a C_3 alquilos ou $-(C_nH_{2n}O)_x$, em que n é
 30 2 ou 3, x é de 1 a cerca de 3 e em que X^- é haleto, HSO_4 ,
 nitrato, metilsulfato ou etilsulfato. Prefere-se que X^-
 seja haleto e os haletos preferidos são cloreto e brome-
 to. Compostos exemplares desta classe são: cloreto de
 35 estaariltrimetilamónio, brometo de miristiltriethyl amónio,

4 M.A. 1999

Mod. 71-10000 ex. - 89/07

20



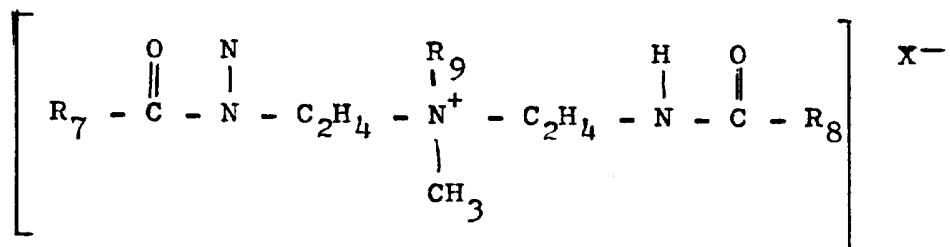
30

35

11 MAR 1990

de 1-metil-1-sêbo-amidoetil-2-seboimidazolinio, 1-metil-1-oleil-amidoetil-2-oleilimidazolinio cloreto, 1-metil-1-palmitoleil-amidoetil-2-palmitoleilimidazolinio etilsulfato, 1-metil-1-sojamidoetil-2-soja-imidazolinio metilsulfato, 1-metil-1-sêboimidazolinio-hidrogenado metil sulfato e 1(2-sêboilaminoetil)-2-sêbo-imidazolinio.

(c) Sais quaternários de amônio di(2-amidoetil) metil com a estrutura:



em que R_7 e R_8 são o mesmo ou diferentes um do outro e são escolhidos do grupo constituído pelos grupos C_{14} a C_{20} alquil e alcenil, em que R_9 é escolhido de entre H, metilo, etilo e $-(\text{C}_n\text{H}_{2n}\text{O})_x\text{H}$ em que n é 2 ou 3 e x é de 1 a cerca de 5 (preferivelmente 3) e em que X^- é conforme definido acima. Preferivelmente R_7 e R_8 são alquilo e R_9 é $-(\text{C}_n\text{H}_{2n}\text{O})_x\text{H}$. Esta classe de compostos é descrita na Patente U.S. Nº. 4.134.840, Minegishi e al, emitida em 16 de Janeiro de 1976.

Compostos exemplares são di(di-sêbo-hidrogenado-amidoetil) etoxilado (2 grupos etoxi) metil amônio metilsulfato, di(2-sêbo-hidrogenado-amidoetil) dimetil amônio metilsulfato, di(2-palmitamidoetil)-2-hidroxietil) amônio cloreto, di(2-oleilamidoetil) propoxilado (3 grupos propoxi) metil amônio brometo, di(2-palmitoleilamidoetil) dimetil amônio etilsulfato e di(2-estearilamidoetil) propoxilado (2 grupos propoxi) metil amônio metilsulfato.

MAI. 1990

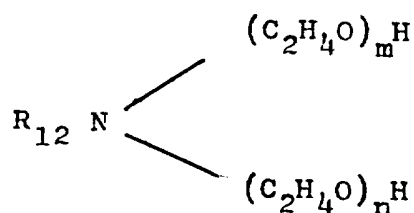
Os compostos amaciadores catiónicos encontram-se presentes nas composições do presente invento a níveis de entre cerca de 1% e cerca de 50%, preferivelmente de cerca de 3% a cerca de 35%. Os amaciadores podem ser usados isoladamente ou misturados.

Aminas podem estar presentes nestas composições, tanto como componentes menor, por vezes presente nos amaciadores catiónicos utilizados, como propositadamente adicionados às composições para lhes dar qualquer propriedade desejada, por exemplo, para melhorar a emulsificação dos amaciadores catiónicos, para recuperação congelação-descongelação (isto é, recuperação das composições para um estado homogéneo depois de congelado, para controlo da viscosidade ou como amaciadores suplementares.

Geralmente, a quantidade de amina presente nas composições presentes será de entre cerca de 0,05% e cerca de 5%, mais tipicamente de cerca de 0,1% a cerca de 2%.

Componentes típicos de amina encontrados em composições amaciadoras de tecidos catiónicos são di-hidrogenada-sêbo metil amina, 1-sêbo-amidoetil-2-sêbo-imidazolina e di(2-hidrogenado-sêboamidoetil)-alquil amina etoxilada.

Aminas utilizáveis para a recuperação congelação-descongelação, emulsão e controlo de viscosidade são compostos da formula:



11. MAI. 1990
al

1 em que R_{12} é um grupo alquil ou alcenil de entre cerca
de 14 e cerca de 20 átomos de carbono e $m + n$ é de cerca
5 de 2 a cerca de 30. Um material deste tipo comercialmen-
te disponível é vendido sob a denominação Varonic T-220D
pela Sherx Chemical Company.

10 As diaminas são também úteis agentes emulsionan-
tes e de recuperação congelação-descongelação nestas com-
posições (Vêr Patente U.S. Nº. 4.045.361, Watt e al,
emitida em 30 de Agosto de 1977 e Pedido EPO 18039, Clint
e al, publicado em 29 de Outubro de 1980, ambos aqui in-
corporados como referência), Uma diamina exemplar tipi-
ca é N-sêboloil-N,N',N'-tris(2-hidroxietil)-1,3-propano-
15 -diamina.

20 Monoaminas típicas que podem ser usadas como ama-
ciadores suplementares incluem estearildimetil amina, de-
-hidrogenado-sêbometil amina e hidrogenado-sêbodimetil
amina.

25 Materiais que são tipicamente utilizados em compo-
sições amaciadoras de tecidos podem ser usados facultati-
vamente nas composições do presente invento. Estes in-
cluem álcoois inferiores (por exemplo, etanol, isopropa-
nol, etc.), perfumes, corantes, sais ionizáveis para
controlo da viscosidade, amaciadores não-iónicos de te-
cidos (por exemplo, hidrocarbonetos de cadeia longa e
glicéridos gordos), ácidos gordos e polietileno glicóis.

30 Outros ingredientes empregáveis em composições
amaciadores de tecidos podem igualmente ser incluídos,
por exemplo, auxiliares para engomar tais como silico-
nes e derivados de dextrina, preservativos e bacterici-
35 das, eficazes para tratar os tecidos ou proteger as com-
posições, polímeros libertadores de sujidade (conforme

11. MAI. 1990



1 descritos acima) e semelhantes.

5 Exemplos de composições amaciadores de tecidos li-
quidas adequadas para utilização no presente invento, são
as descritas nas Patentes U.S. 3.974.076, Wiersam e al,
emitida em 10 de Agosto de 1976; U.S. 4.424.134, Sissin
e al, emitida em 3 de Janeiro de 1984; e U.S. 4.661.269,
Trinh e al, emitida em 28 de Abril de 1987.

10 Outros artigos amaciadores de tecidos úteis no
presente invento são os que se apresentam sob a forma de
uma composição amaciadora de tecido aderida a um substra-
to absorvente, tais como papel ou uma folha de fios tex-
teis tecidos ou não-tecidos, descritos nas Patentes U.S.
15 4.073.996, Bedenk e al, emitida em 14 de Fevereiro de
1978; U.S. 3.944.694,
McQueary, emitida em 16 de Março de 1976; e U.S.
4.237.155, Kardouche, emitida em 2 de Dezembro de 1980.

20 Pode ser desejável adicionar também perfume à com-
posição condicionadora, tal como ele é, sem protecção
por intermédio das partículas. Tal carga de perfume per-
mitirá emprestar uma fragrancia esteticamente agradável
à própria composição. Ao abrir-se a embalagem que con-
25 tem a composição e quando o produto fôr adicionado à
água, este impacto odorífero imediato é desejável.

30 Este perfume será adicionado por meios convencio-
nais, por exemplo, mistura, tal como está, numa composi-
ção líquida ou aspersão sobre composições de produto sê-
co, O perfume protegido nas partículas proporciona um
benefício diferente, isto é, perfumar as roupas quando
saem do processo de lavandaria.

35 Normalmente, para composições detergentes condi-

11. MAR. 1990

1 cionadoras, uma quantidade de perfume em partículas é
incorporada na composição, de modo a proporcionar à com-
posição entre cerca de 0,001% e cerca de 10%, preferivel
5 mente entre cerca de 0,1% e cerca de 3% de perfume.

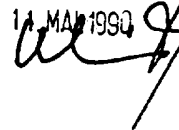
O uso das partículas perfumadas do presente in-
vento em composições para amaciamento de tecidos, pro-
porciona um meio eficiente para transmitir uma grande
10 variedade de materiais perfumados ao tecido. Além dis-
so, tal utilização proporciona ao tecido um perfil odo-
rífero consistente durante o processo de lavandaria.

As partículas perfumadas do presente invento po-
dem também ser usadas em composições para condicionamen-
to capilar e composições de condicionador "shampoo"
15 tais como as descritas na Patente U.S. 4.764.363, Bolich
emitida em 16 de Agosto de 1988 e Publicações de Patente
Europeias 205.306, publicada em 17 de Dezembro de 1986
e 240.350, publicada em 7 de Outubro de 1987. Tais com-
posições são consideradas abrangidas pelo escopo do pre-
20 sente invento.

Durante o processo de lavagem e condicionamento,
as partículas perfumadas são aplicadas à superfície a
25 ser perfumada. Daí em diante o perfume difundir-se-á
para fora das partículas e dará à superfície a desejada
fragrancia.

No processo de lavandaria as partículas de perfu-
me aderem ao tecido a ser lavado quando entram em contac
30 to com ele. Quando os tecidos lavados são transferidos
para um secador de tecidos ou para uma corda de enxugar
pensa-se que o perfume se difunde para fora das partícu-
las num estado substancialmente inalterado, proporcio-
35 nando assim um melhor ao tecido.

11 MAR 1990



Os exemplos seguintes ilustram o presente invento. Será apreciado que outras modificações do presente invento, acessíveis aos técnicos da formulação de composições para lavagem, podem ser levadas a efeito sem afastamento do espírito e escopo deste invento.

Todas as partes, percentagens e proporções aqui apresentadas são em peso, salvo se especificado de outro modo.

EXEMPLO I

As partículas perfumadas úteis em composições para lavandaria do presente invento são preparadas como segue:

Vinte e cinco gramas de POLYWAX 2000 (polietileno com um peso molecular de 2000) são aquecidos numa proveita sobre uma placa aquecida a cerca de 130°C precisamente até fundirem, 8,33 gramas de perfume à temperatura ambiente foram adicionados à POLYWAX fundida e a mistura manteve-se líquida.

Um misturador Osterizer com um recipiente cilíndrico de aço inoxidável feito especialmente que tem cerca de 7 cm de diâmetro, cerca de 10 cm de altura, cerca de 0,5 cm de espessura e completamente envolvido com exceção de um orifício mínimo no topo para permitir a libertação do azoto, é utilizado para triturar o sólido POLIWAX/perfume em partículas. O recipiente misturador é primeiramente arrefecido com azoto líquido. O POLYWAX/perfume é rapidamente misturado e depois vertido no misturador e o sólido POLYWAX/perfume é triturado de novo a alta velocidade durante 30 segundos.

As partículas podem ser lavadas com metanol para

11. MAR. 1990

1 se limpar das superfícies perfume não incorporado que po-
dem tomar a superfície das partículas demasiadamente pe-
gajosa. Cerca de 100 ml de metanol por cada 40 gramas de
5 partículas são geralmente suficientes. Filtração por suc-
ção é geralmente utilizada para remover das partículas o
metanol em excesso e, de preferência, permite-se que as
partículas fiquem expostas ao ar durante um periodo adi-
cional para deixar que qualquer metanol ainda existente
10 se evapore.

As partículas podem ser peneiradas para se obterem
partículas com tamanhos situados dentro da gama mais de-
sejada. Peneiras com aberturas de 250 e 125 microns po-
dem ser usadas para se obterem partículas com tamanhos
15 situados principalmente na gama de tamanho dos 125 a 250
microns.

As partículas assim peneiradas situam-se, a cerca
de 80%, na gama de tamanhos dos 125 a 250 microns. Estas
20 partículas podem ser adicionadas a produtos de lavanderia
convencionais para proporcionarem às composições um nível
de perfume de cerca de 0,1% a cerca de 3,0%. As partícu-
las permitem a protecção do perfume retido ao longo do
processo de lavagem. As partículas aderem aos textéis
25 lavados e são transportadas para o secador. Uma vez que
os textéis são secados num ambiente de elevada temperatu-
ra, o perfume difunde-se para fora das partículas. O
perfume libertado mantém-se essencialmente inalterado em
relação ao seu estado original.

30 Se um perfume particularmente volátil fôr usado
para fabricar as partículas, o perfume pode ser mistura-
do com gel de sílica antes da mistura com a POLYWAX 2000
fundida. A proporção de perfume para o gel de sílica po-
35 de ser de cerca de 80:20. Depois do perfume e do gel de

11. MAR. 1997

1
silica serem combinados, é mais desejável permitir que a
combinação repouse (coberta) durante várias horas antes
de ser combinada com a POLYWAS. A mistura perfume/gel
5 de silica é, desejavelmente, misturada com a POLYWAX 2000
fundida numa proporção de cerca de 1:2,3.

EXEMPLO II

10 Partículas perfumadas que proporcionam uma protec-
ção adicional para utilização em composições líquidas são
preparadas como segue. As partículas do Exemplo I são re-
vestidas com uma certa quantidade de resina acrílica EU-
DRAGIT (vendida por Rohm Pharma) suficiente para abranger
15 12% em peso de partículas. O processo de revestimen-
to é levado a efeito por meio da utilização de um reves-
tidor Wurster de leite líquido, fazendo-se primeiro uma
solução aquosa do material de revestimento e depois pon-
do-se essa solução em contacto com as partículas presen-
tes no revestidor de leite líquido durante um tempo sufi-
20 ciente para se depositar a quantidade desejada de mate-
rial de revestimento nas partículas. As substância plas-
tificadora ftalato de dietilo pode ser combinada com material
sensível ao pH de revestimento, antes do processo de re-
vestimento, para proporcionar um revestimento mais durá-
25 vel às partículas. O plastificador é adicionado numa
quantidade suficiente para abranger 1% em peso das partí-
culas.

30 Estas partículas de perfume revestidas proporcio-
narão uma protecção adicional contra a difusão do perfu-
me para fora das partículas, durante períodos prolongados
de armazenamento na composição líquida. Quando as partí-
culas são introduzidas num ambiente com um pH diferente,
o revestimento pode ser arrancado e o perfume difundir-se-
35 -á para fora das partículas e proporcionará o benefício

11. MAI. 1990
al

1 de fragancia.

5 EXEMPLO III

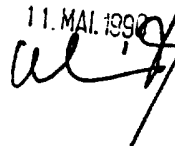
A seguinte é uma composição detergente para lavandaria, granular e contendo um branqueador:

10	<u>Componente</u>	<u>Pêso %</u>
	Sulfonato de sódio C ₁₃ alquilbenzeno	7,5
	Alquilsulfato de sódio C ₁₄₋₁₅	7,5
15	Polietoxilato C ₁₂₋₁₃ alquilo (6,5) liberto de álcool inetoxilado e etoxilato interior	2,0
	Cloreto de C ₁₂ alquiltrimetil amônio	1,0
	Tripolifosfato de sódio	32,0
20	Carbonato de sódio	10,0
	Monoidrato de perforato de sódio	5,3
	Sulfonato de sódio octanoiloxibenzeno	5,8
25	Pentacetato de sódio dietileno diamina	0,5
	Sulfato de sódio, H ₂ O e materiais residuais	Q.B para 100 ,0

30 A composição acima indicada é preparada por meios convencionais. A composição é preparada por combinação com as partículas perfumadas do Exemplo I, como segue. Uma quantidade de partículas perfumadas do Exemplo I, é combinada com a composição detergente de forma que a com-

35

11. MAI. 1990



1 posição detergente compreenda cerca de 0,3% de perfume (cerca de 1-1/2% da composição detergente compreenderão as partículas perfumadas).

5 As partículas podem ser simplesmente misturadas com os grânulos de detergente. Para se evitar a segregação das partículas perfumadas durante a embalagem e o envio (devido ao seu tamanho menor relativamente aos grânulos de detergente), as partículas podem ser revestidas ou aglomeradas com um material de revestimento solúvel na água antes de se combinarem com os grânulos de detergente. Isto pode ser conseguido com um misturador de Schugi (Flexomix 160) onde uma quantidade suficiente de uma solução colóide de dextrina (2% de dextrina, 3% de água) é pulverizada sobre as partículas para resultar em aglomerados de partículas perfumadas dentro da mesma gama de tamanhos que os outros grânulos de detergente.

20 O perfume é protegido, nas partículas, da degradação devida ao branqueador existente na composição detergente, durante o período de armazenamento.

25 Quando utilizado no processo de lavagem, esta composição detergente proporcionará uma fragrância perfumada num estado substancialmente igual à original a partir do produto, através do processo de lavagem e ao tecido.

30 Um grande número de perfumes pode ser utilizado na presente composição que de outro modo não seriam apropriados para utilização em tais composições de lavandaria.

EXEMPLO IV

35 Composições detergentes granulares para lavanda-

11. MAI. 1990

al

ria do presente invento são preparadas como segue:

	<u>Componente</u>	<u>Pêso %</u>				
		<u>A</u>	<u>B</u>	<u>C</u>	<u>D</u>	<u>E</u>
	Sulfonato de C ₁₂ alquilbenze- no (sódio)	6.8	7.0	10.0	5.6	5.9
	Sulfato seboso álcoolico (sódio)	-	-	3.0	2.4	2.5
	Álcool seboso polietoxilado (EO11)	0.9	0.9	1.0	0.4	0.3
	Álcool gordo (C ₁₂₋₁₅) polie- toxilado (7)	-	-	2.0	5.8	5.0
	Aminóxido de cetil dimetil	0.4	0.5	-	-	-
	Ácido hidrogenado gordo	0.2	0.3	1.0	-	-
	Tripolifosfato de sódio	22.0	-	24.0	24.0	-
	Zeolite 4A	-	21.0	-	5.4	20.5
	Nitrilotriacetato de sódio	-	3.0	4.0	-	-
	Carbonato de sódio	10.0	7.0	-	13.5	12.8
	Perborato de sódio (1 aq)	2.0	-	-	14.0	2.0
	Perborato de sódio (4 aq)	11.0	15.0	-	-	13.0
	TAED	1.0	1.2	-	5.3	2.1
	Cloreto de C ₁₂ alquil trimetil amônio	1.5	1.9	-	-	-
	Distearil metilamina	2.5	3.1	-	-	-

62236

Case 3909R

11. MAI. 1990

1	Silicato de sódio ($\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O} = 1,6$)	7.1	3.0	8.0	7.7	2.9
5	Carboximetilcelulose	0.3	0.4	0.8	-	0.3
	Ácido de copolímero maleí- co/acrilico (70/30 MW 40000--80000)	2.0	1.0	1.0	2.6	-
10	Na-poliacrilato (MF 1000-- --10000)	-	2.0	1.0	1.0	3.9
	Ftalocianino sulfonado de zinco	30ppm	-	25ppm	40ppm	-
15	EDTA	0.2	0.2	0.4	0.5	0.3
	Tetrametileno de etileno- diamina	0.1	0.3	0.1	0.2	0.3
20	Ácido fosfórico (sal de Na)					
	Enzimas (protease, amilase, celulase, lipase)	0.4	0.8	0.6	1.6	0.8
25	Branqueador óptico	0.2	0.2	0.3	0.2	0.2
	Supersor de espumas de sili- cones/silica	0.7	0.5	0.6	0.5	0.4
	Argila de esmectite	8.0	6.5	-	-	-
30	Sulfatos, resíduos, água	---	Restante para 100 %			

As composições acima são preparadas por meios con-
vencionais. A composição é combinada com as partículas
perfumadas do Exemplo I como segue. Uma quantidade de

11. MA. 1990

partículas perfumadas é adicionada às composições acima indicadas de forma que 2% da composição compreendam partículas de perfume. As partículas são misturadas simplesmente na composição detergente ou podem ser revestidas ou aglomeradas para se conseguirem partículas um pouco maiores, a fim de se evitar a segregação das partículas para fora da composição durante o envio, etc.

O perfume é protegido nas partículas da degradação ou dissipação durante os longos períodos de armazenamento. Quando utilizada no processo de lavandaria, esta composição detergente proporcionará uma fragrância perfumada praticamente no seu estado original, a partir do produto, no decorrer do processo de lavagem e para o tecido.

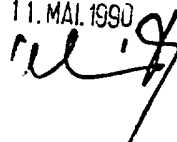
EXEMPLO V

Composição detergente e condicionadora para lavandaria que é preparada como segue:

<u>Componente</u>	<u>Pêso %</u>
Cloreto de dimetil sebo di-hidrogenado amônio (95% pó activo)	75
Álcool de sêbo	<u>25</u>
	100

O cloreto de dimetil sêbo di-hidrogenado amônio (DTDMAC) e o álcool de sêbo são misturados para formarem uma solução limpida a cerca de 123°C (250°F). Esta solução fundida é atomizada a 1600 psi para uma câmara atravessada por ar à temperatura ambiente. As gotículas atomizadas condensam-se em partículas sólidas em tamanhos que variam entre 20 microns e cerca de 150 microns. O

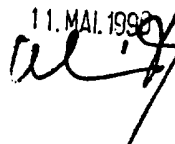
11. MAI. 1990



ponto de amolecimento da mistura DTDMAC/sêco álcool é de cerca de 78°C (165°F). A mistura DTDMAC/sêbo álcool tem uma solubilidade substancialmente inferior a 10ppm em água a 25°C.

Tripolifosfato de sódio (STP) é então misturado com as esferas de DTDMAC/sêbo álcool numa proporção de 4:1 de polifosfato:esferas. O tripolifosfato de sódio é um pó anidro, sêco como pelo menos 90% capazes de passar através de uma peneira Tyler de malha 100. A mistura com a proporção 7:4 de DTDMAC/sêbo álcool em esferas:tripolifosfato de sódio (STP) é introduzida num misturador Schugi (Flexomix 160) onde cerca de 5 partes de solução colóide de dextrina (1,67 partes de dextrina, 3,33 partes de água) é pulverizada na mistura. Isso em aglomerados de esferas-STP dentro da mesma gama de tamanhos que a dos outros grânulos de detergente, cerca de 150 a 1190 microns.

As 16 partes de esferas-STP aglomeradas são então descarregadas do misturador Schugi Flexomix 160 e misturadas com cerca de 12 partes de argila de sódio montmorilonite de bom desempenho no amaciamento de tecidos e com uma capacidade de troca de iões de cerca de 63 meq/100g (fornecida por Georgia Kaolin Co., U.S.A, sob a marca registada Brock). A mistura resultante é envelhecida durante aproximadamente uma hora e depois misturada com 0,4 partes de sílica sílica para aumentar a capacidade de escoamento. A mistura total compreende 7 partes de esferas de DTDMAC/álcool de sêbo, 4 partes de STP, 5 partes de solução colóide de dextrina, 12 partes de argila de sódio montmorilonite e 0,4 partes de sílica, do que resulta uma mistura de 28,4 partes em relação ao detergente em grânulos.



O aditivo particulado do detergente é adicionado à composição detergente como segue:

<u>Componente</u>	<u>Pêso %</u>
Sulfonato de sódio C _{11,8} alquilbenzeno	7,70
Sulfato de sódio sêbo alquilo	4,23
Sulfato de sódio C ₁₄₋₁₆ alquil trietoxi	4,23
Trifosfato de sódio	19,25
Silicato de sódio (rácio 2,0)	11,55
Sulfato de sódio	19,25
Água	3,85
Vários (perfume, branqueador, etc)	1,54
Subtotal - Pêso %	<u>71,6%</u>
mais a mistura detergente particulada:	
Sódio montmorilonite	12,0%
Sílica	0, 4%
AGLOMERADO	
Tripolifosfato de sódio	4,0%
Esferas de DTDMAC/sêbo álcool	7,0%
Solução de dextrina colóide	<u>5,0%</u>
Subtotal - Pêso %	<u>28,4%</u>
Pêso%TOAL	100,0%

A combinação acima é combinada com as partículas contendo perfume do Exemplo I, como segue. Uma quantidade das partículas perfumadas do Exemplo I é combinada com a combinação de composição detergente e de condicionamento de modo que a composição compreenda cerca de

11. MAI 1990



0,6% de perfume (cerca de 2-1/2% da composição detergente compreenderão cerca de 0,6% de perfume em partículas). As partículas podem ser simplesmente misturadas no detergente e nos grânulos de condicionador ou ser aglomeradas com um material solúvel na água para proporcionarem aglomerados de perfume com o mesmo tamanho médio que os grânulos de detergente e de condicionador, conforme descrito no Exemplo III.

EXEMPLO VI

Composições detergentes líquidas do presente invento são como segue:

<u>Componente</u>	<u>Pêso%</u>	
	<u>A</u>	<u>B</u>
Ácido C ₁₃ linear alquilbenzeno sulfônico	7,2	7,2
Ácido C ₁₄₋₁₅ alquil polietoxila do (2,25) sulfúrico	10,8	10,8
C ₁₂₋₁₃ álcool polietoxilado(6,5)*	6,5	6,5
Cloreto de C ₁₂ alquil trimetilamônio	1,2	0,6
Ácido C ₁₂₋₁₄ gordo	13,0	--
Ácido oleico	2,0	--
Ácido gordo de palma (descascada)	--	15,0
Ácido cítrico (anidro)	4,0	4,0
Ácido dietilenotriamino pantacético	0,23	0,23

62236

Case 3909R

11. MAR. 1999

1	Ezima protease (2,0 AU/g)	0,75	0,75
	Enzima amilase (375 Am. U/g)	0,16	0,16
5	TEPA-E ₁₅₋₁₈ **	1,5	1,5
	(Monoetanolamina)	2,0	--
	(moles de alcanolamina)	0,033)	(0)
	Ião de sódio	1,66	2,75
10	Ião de potássio	2,65	2,55
	(K+:Na+ molar)	(0,94)	(0,55)
	Propileno glicol	6,8	5,0
	Etanol	7,8	8,5
15	Ácido fórmico	0,66	0,66
	Ião de cálcio	0,03	0,03
	Resíduos e água	Resto para 100	
20	pH à concentração de 10% em água a 20°C (68°F)	8,65	8,5

* Removidos álcool e álcoo e álcool monoetoxilado

** Tetraetileno pentaimina etoxilada com 15-18 moles (ave de ~~óxido~~ etileno em cada ponto de hidrogénio.

A composição A é preparada juntando-se os componen
tes com misturas contínua, na ordem seguinte: pré-mistura
da pasta de ácido alquil polietoxilado sulfúrico, e eta-
nol; pré-mistura de pasta de ácido alquilbenzeno sulfó-
nico, hidroxido de sódio, propileno glicol e etanol; áci-
do pentacético; álcool polietoxilado; pré-mistura de
água, branqueadores, alcanolamina e álcool polietoxilado;
etanol; hidroxido de sódio e de potássio; ácido gordo;
ácido citrico; ácido formico e calcio; cloreto de alquil
trimetilamónio; TEPA-E₁₅₋₁₈; ajustamento do pH para cer

1 MAY 1990

ca de 8,1: e resto dos componentes.

A composição B é preparada adicionando-se os componentes com mistura continua na seguinte ordem: pré-mistura de pasta de ácido sulfurico alquil polietoxilado e etanol; 2,5 partes de água; propileno glicol; pré-mistura de etanol e branqueador; álcool polietoxilado; hidroxido de sódio; hidroxido de potássio; ácido gordo; ácido alquilbenzeno sulfúrico; pré-mistura de ácido citrico e cálcio; ácido pentacético; ácido fórmico; cloreto de alquil trimetilamônio; TEPA-E₁₅₋₁₈; hidroxido de potássio e água; e o resto dos componentes.

As composições A e B são inicialmente liquidos isotrópicos e mantem-se isotrópicos até cerca de 10°C (50°F). Recuperam também para uma forma isotrópica, depois de congelamento e descongelamento, por volta de cerca de 12,8°C (55°F).

A composição acima é combinada com as partículas contendo perfume do Exemplo I como segue. Uma quantidade das partículas perfumadas do Exemplo I é cuidadosamente misturada na composição detergente liquida de modo que a composição detergente compreenda cerca de 0,3% de perfume (cerca de 1% da composição detergente compreenderá as partículas perfumadas).

EXEMPLO VII

Uma composição amaciadora de tecidos contendo, como amaciador de tecidos activo, uma mistura a 39,2:60,8 de cloreto de mono (sêbo hidrogenado) trimetilamônio e o produto da reacção de 2 moles de ácidos gordos com um mole de N-2-hidroxietilenodiamina, é prepara-

11. MAI. 1990
al

da como segue:

4,41 partes do produto de reacção dos ácidos gordos sebosos hidrogenados com N-2-hidroxietilenodiamina (Mazamida 6) são pesadas para dentro de um recipiente de pré-mistura, seguidas por 5,68 partes de cloreto de mono (sêbo hidrogenado) trimetilamónio (Adogen 441, 50% activo em 50% de isopropanol). Esta mistura prévia é fundida, misturada e aquecida até 77°C. A pré-mistura é depois introduzida, com agitação, num recipiente de mistura que contem 89,87 partes de água destilada aquecida até 66°C, seguida por 0,02 partes de uma mistura comercial de 5-cloro-2-metil-4-isotiazolin-3-ona (Kathon CG/ICP, 1,5% actia, temperatura ambiente). A mistura é arrefecida para 49°C com agitação continua e são-lhe adicionados 0,02 de parte de uma solução de CaCl_2 (solução aquosa a 25%, temperatura ambiente). Nesta fase a mistura tem um pH de cerca de 9,4 O pH é ajustado para 6 por meio da adição de uma pequena quantidade de ácido sulfúrico concentrado.

A composição acima é combinada com as partículas contendo perfuma do Exemplo I, como segue. Uma quantidade de partículas perfumadas do Exemplo I é combinada com a composição amaciadora de tecidos, de modo que a composição compreenda cerca de 0,4% de perfume (cerca de 1-1/2% da composição amaciadora de tecidos conterão as partículas perfumadas).

EXEMPLO VIII

Composição líquida amaciadora de tecidos que pode ser preparada como segue:

11. MAI. 1994

W. J.

1

5

10

15

20

25

30

35

Componente% em peso da composição

1(2-sêboil amidoetil)-2	4,85
sêboil-imidazolina	
DTDMAC	2,60
Óleo de silicone (350 cst)	0,15
ácido clorídrico	0,30
Polietileno glicol	0,30
Bactericida	100 ppm
água, corante	Resto

A composição acima é preparada utilizando-se meios convencionais. A composição é combinada com as partículas perfumadas do Exemplo II comosegue. Uma quantidade das partículas perfumadas do Exemplo II é combinada com a composição amaciadora de tecidos de modo que a composição compreenda cerca de 0,45% de perfume (cerca de 2% da composição amaciadora de tecido conterão as partículas perfumadas).

As partículas perfumadas revestidas proporcionam uma protecção melhorada contra a difusão do perfume durante o armazenamento do produto. Quando a composição é adicionada à água de lavagem (que tem um pH superior ao da composição amaciadora de tecidos), o revestimento pode ser dissolvido e o perfume é livre de se difundir mais livremente para fora das partículas, a partir daí.

Pode ser feita uma outra composição amaciadora de tecidos tal como acima, com excepção de que o nível de componentes activos (isto é sem a água e o corante) se situam três vezes mais altos do que acima referido.

62236

Case 3909R

11 MAI 1950
al

Pode ser feita ainda uma outra composição amaciadora de tecidos com níveis de componentes quádruplos dos acima referidos.

EXEMPLO IX

Composição para "shampoo" capilar preparada como segue:

<u>Componente</u>	<u>Pêso %</u>
Sulfato de amônio laurilo	12,0
Sulfato de amônio laurete (3)	4,0
Álcool cetearilo	0,1
Di-estearato de glicol	1,5
Cocamida MEA	1,0
Goma de xantano	0,3
Dimeticona líquida viscosidade 350 centistokes	1,8
Goma de silicones (General Electric SE-76)	1,2
Cloreto de lauril trimetil amônio	0,75
Côr, preservativo, controle pH e água	q.s. 100%

A composição é feita preparando-se uma mistura principal e uma mistura prévia. No tanque de mistura principal são colocados o sulfato de amônio laurilo e uma parte do sulfato de amônio laurete. Esta mistura é aquecida até $56,6^{\circ}\text{C} \pm 4,7^{\circ}\text{C}$ ($120 \pm 10^{\circ}\text{F}$) com a goma de xan-

T. MALISSU
til

1 tano a ser adicionada por intermédio de uma bomba de ele-
vado cisalhamento. A mistura total é depois aquecida
até $73,1 \pm 2,3^{\circ}\text{C}$ ($155 \pm 5^{\circ}\text{F}$). Finalmente são adiciona-
5 dos os di-estearato de glicol, amido, parte do álcool
ceterílico e cloreto de lauril trimetil amônio, seguidos
do corante, perfume, preservativo e parte da água.

10 A mistura prévia é preparada adicionando-se o res-
to do sulfato de amônio laurete ao tanque de pré-mistura
e aquecendo-se até $73,1 \pm 2,3^{\circ}\text{C}$. O resto do álcool ce-
tearílico é então adicionado e deixado fundir. Finalmen-
te é adicionada a dimeticona e mexe-se até se formar uma
emulsão.

15 A pré-mistura é introduzida na mistura principal
através de um misturador estático, um misturador de alto
cisalhamento e finalmente através de um intercambiador
de calor. O produto total é arrefecido até cerca de
20 38°C (80°F) e recolhido.

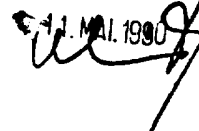
25 A combinação acima é efectuada com as partículas
contendo perfume do Exemplo II, como segue. Uma quanti-
dade de partículas perfumadas do Exemplo II é combinada
com a composição de "shampoo" de modo que a composição
compreenda cerca de 0,2% de perfume (cerca de 1% da com-
posição de "shampoo" conterà as partículas perfumadas).

30 A utilização das partículas perfumadas na composi-
ção para "shampoo" proporcionará fragrancia perfumada
praticamente no seu estado original, a partir do produ-
to, ao longo do processo de lavagem do cabelo, para este.
EXEMPLO X

35 Uma composição para condicionamento capilar é pre-
parada como segue:

62236

Case 3909R

11. Mai. 1990


1

ComponentePêso %

C.S.1213 de silicone liquido

0,83

5

Álcool cetílico

1,00

Álcool estearílico

0,72

Adogen 442 - 100²

0,85

Luviskol VA64³

0,25

10

Cetearete-20⁴

0,35

Mono-estearato de glicerol

0,25

Lexamina S-13⁵

0,50

Agente tensio-activo de silicones Dow

0,20

15

Corning 190⁶

Hidroxietil celulose

0,50

Ácido cítrico

0,13

20

Conservante

0,03

Água purificada

94,14

25

¹Mistura de 15% (em peso da mistura) de goma de dimeticona SE76 e 85% de ciclometicona SF1201, vendida pela General Electric (que proporciona um nível de silicones não voláteis de 0,12% em peso da composição)

30

²Cloreto de Di(sêbo hidrogenado)dimetil amônio, vendido pela Sherex Chemical Company Inc.

35

³Copolimero de polivinilpirrolidona e acetato de vinilo, vendido por BASF A.G.

MA 1990

⁴ Álcool cetoestearílico etoxilado.

⁵ Amina estearamido propil dimetilo, vendida pela Inolex Corporation.

⁶ Copoliol de dimeticona, vendido pela Dow Corning Corporation.

A hidroxietil celulose é adicionada à água, mantida a uma temperatura de aproximadamente 38°C (100°F) PYP/VA Adogen, Dow-190, álcool cetílico e álcool estearílico, cetearete-20, Lexamina e mono-estearato de glicerol são então adicionados sequencialmente a uma temperatura de aproximadamente 87°C (189°F). A mistura é agitada depois da adição de cada um dos componentes durante um período de tempo suficiente para permitir uma fusão adequada do componente, isto é, o Adogen e a dispersão na mistura. A mistura é depois arrefecida até aproximadamente 48°C (118°F) a um ritmo de entre cerca de 1 e cerca de 3° por minuto. O ácido cítrico, a mistura dimeticona/ciclometicona e o conservante são então adicionados. A mistura é depois arrefecida e moída com alta cisalhamento durante aproximadamente 1 minuto utilizando-se um aparelho de moagem convencional.

A combinação acima é efectuada com as partículas contendo perfume do Exemplo II como segue. Uma quantidade de partículas perfumadas do Exemplo II é combinada com a composição de condicionamento capilar de forma que a composição compreenda cerca de 0,25% de perfume (cerca de 1% da composição condicionadora conterá as partículas perfumadas).

Aproximadamente 10 g do produto condicionador ca-

11. MAI 1990
ul

1 pilar assim formado são aplicados ao cabelo acabado de la
var com "shampoo" e enxaguado. A composição é depois
5 espalhada pelo cabelo e deixada repousar durante aproxi-
madamente 1 minuto. Depois disso o produto é enxaguado
do cabelo, deixando-o com benefícios aperfeiçoados de
fragrancia.

10 Os exemplos seguintes ilustram a preparação e uti-
lização de partículas perfumadas do tipo do presente in-
vento que, adicionalmente, contém uma camada de revesti-
mento friável na superfície exterior. Tais partículas
revestidas são geralmente de um tamanho inferior a 350
microns (incluindo o revestimento) e de preferência têm
15 um tamanho médio não maior do que 150 microns, mais pre-
ferivelmente numa gama de tamanhos de 40-150 microns.

20 Preferivelmente tais partículas são fabricadas de
forma que o revestimento firável compreende até 20% em
pêso das partículas revestidas. Tipicamente o revesti-
mento friável constituirá de 1% a 10% do pêso das parti-
culas.

25 Podem ser utilizados diversos revestimentos friá-
veis, mas, preferivelmente, o material de revestimento
é substancialmente insolúvel na água. Revestimentos friá-
veis típicos compreendem polímeros de aminoplásticos, por
exemplo, o produto da reacção de uma amina e de um aldeí-
do. Exemplos específicos de tais revestimentos firáveis
30 incluem o produto de reacção de uma amina seleccionada
de entre ureia e melamina e um aldeído seleccionado de
entre formaldeído, acetaldeído e glutaraldeído e mistu-
ras dos referidos aminas e aldeídos.

35 Partículas perfumadas revestidas com revestimentos
friáveis são especialmente úteis em composições que são

11. MAL 1990
Tulio

1
suficientemente agitadas para que o revestimento se rom-
pa libertando que, por sua vez, liberta o seu perfume.
Composições de limpeza, composições de condicionamento
5 e semelhantes, especialmente as usadas nas máquinas auto-
máticas, são exemplos não limitativos de tais composições.

10
Para as partículas com revestimentos friáveis, o
processo de fabrico baseia-se na aplicação do revesti-
mento como uma especie de "concha" às partículas perfuma-
das. Para partículas perfumadas cujo material transpor-
tador tenha um ponto de fusão inferior ao do ponto de
ebulição do solvente utilizado no processo, o processo en
15 volve a fusão do veículo e do perfume juntamente e a adi-
ção da mistura fundida a uma solução de solvente do mate-
rial de "concha" ou a um percursor adequado, mantido
acima da temperatura de fusão do material veículo. O sis
tema é agitado suficientemente para formar uma emulsão do
veículo/perfume com um tamanho de gota liquida desejada
20 na solução da concha.

25
As condições necessárias para se depositar o mate-
rial encapsulador são então estabelecidos e o conjunto é
arrefecido para fornecer partículas sólidas encapsuladas
com a desejada "concha" friável. A insolubilidade da
concha na água é estabelecida seja na fase de deposição,
seja num tratamento adequado antes do isolamento ou uti-
lização das partículas.

30
Embora o processo aqui descrito seja um processo
de formação de gota fundida/encapsulamento de um só pas-
so, tornar-se-á facilmente aparente para os tecnicos, que
a encapsulação pode ser efectuada de forma semelhante pa-
ra partículas de perfume pré-formadas. As partículas pré-
35 -formadas podem ser preparadas de várias maneiras, incluín-
do a criomoagem, secagem por pulverização, congelação por

11. MAI 1990



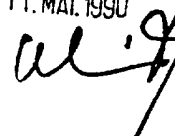
1 pulverização e técnicas de dispersão fungíveis tais como
as descritas nos livros da autoria de P.B.Deasy ("Micro-
encapsulation & Related Drug Processes", Dekker, NY.1986)
5 e A.Kondo ("Microcapsule Processing and Technology",
Dekker, N.Y. 1979). Tais técnicas serão necessárias pa-
ra materiais transportadores que tenham um ponto de fu-
são situado acima do ponto de ebulição do solvente.

10 Pode ser usada uma variedade de processos de enca-
psulação adequados conforme se pode vêr nos livros de
Deary e Kondo acima indicados. Dependendo dos materiais
usados, a concha pode proporcionar hidrofília ou hidrofo-
bia às partículas. Exemplos não limitativos de materiais
15 de encapsulação e respectivos processos incluem concentra-
dos de gelatina-goma arábica depositada por meio de um
processo complexo de coacervação, por exemplo, Patente
U.S. 2.800.457, para conchas hidrófilas e ureia-formaldeí-
do depositada por um processo de policondensação, por
20 exemplo, Patente U.S. 3.516.941, para conchas hidrófobas.

25 A insolubilidade do material das conchas na água
pode ser proporcionada pela reticulação do coacervato
de gelatina-goma arábica com aldeídos adequados ou outros
endurecedores conhecidos da gelatina, após a deposição.
A polimerização do pré-condensado de ureia-formaldeído
durante o processo de encapsulação proporciona insolubili-
dade na água.

30 A pasta que contem as partículas perfumadas pode
ser usada directamente, por exemplo, pulverizada a seco
com outros componentes da formulação, ou as partículas
podem ser lavadas e separadas e secas, se desejado.

35 Os seguintes Exemplos ilustram melhor o fabrico



das partículas perfumadas encapsuladas com revestimentos friáveis, preferivelmente insolúveis na água e a sua utilização em composições detergentes e amaciadoras típicas.

EXEMPLO XI

Partículas perfumadas contendo um revestimento hidrófilo depositado por meio de coacervação complexa são preparadas como segue:

132 g de POLYWAX 500 (polietileno com um peso molecular de 500) são aquecidos numa proveta sobre uma placa de aquecimento a cerca de 100°C até fundirem 44 g de perfume à temperatura ambiente são adicionados à POLYWAX 500 derretida e mantém-se o calor para se voltar a trazer esta mistura nuclear aos 100°C.

O material nuclear fundido é adicionado a 400 g de uma solução de gelatina a 5% (Sanafi Tipo A, 275 de resistência de Bloom) mantida 15-20°C acima do, ponto de fusão do núcleo numa proveta de aço 1-1 e emulsionado por meio de agitação até o desejado tamanho de gota de cerca de μ ter sido alcançado. Adicionam-se então 200 g de solução de goam arábica a 11% e a agitação é mantida durante cerca de 30 minutos.

O pH é reduzido para cerca de 4,2 por meio da adição gota a gota de ácido acético glacial e o conteúdo da proveta é então despejada em 1 litro de água agitada à temperatura ambiente. Isso solidifica a mistura nuclear com uma deposição concomitante de coacervato de gelatina-goma-arábica.

O revestimento é colocado por meio de arrefecimen-

11. MAI. 1990



to da pasta em água gelada para cerca de 5°C. A pasta pode ser utilizada nesse ponto ou podem libertar-se as partículas de qualquer coacervato não depositado na pasta, por meio da adição de cerca de um volume igual de cloreto de sódio a 10% e remoção das cápsulas num funil separador. Isto pode ser repetido conforme seja necessário para se remover completamente o coacervato livre. As partículas podem ser secas por filtração, lavagem do bolo de filtro com água, depois com inopiopanol, seguido de secagem ao ar de um dia para o outro a 25°C.

As partículas podem então ser peneiradas para o tamanho desejado.

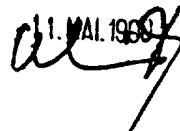
EXEMPLO XII

Partículas perfumadas com um revestimento menos solúvel na água, hidrofílico, podem ser preparadas como segue.

Uma parte de partículas perfumadas contendo um revestimento de gelatina-goma arábica é preparada conforme o Exemplo I. Depois do arrefecimento, deixa-se a pasta aquecer até à temperatura ambiente e adicionam-se 8,0 ml de solução de glutaraldeído a 25%, com agitação. O pH é elevado para 5,0 por meio da adição de solução aquosa de hidróxido de sódio a 2,5% e a pasta é agitada de um dia para o outro.

A pasta pode ser utilizada nessa altura ou separada como no Exemplo 1.

O revestimento tratado com glutaraldeído pode suportar uma imersão prolongada em água a 60°C, enquanto

11. MAI. 1968


1 que os revestimentos não tratados são removidos ao serem aquecidos até 50°C.

5 Partículas perfumadas contendo um revestimento hidrófobo, insolúvel na água depositado por policondensação são preparadas como segue.

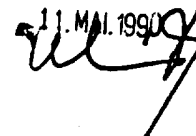
10 Um pré-condensado de ureia-formaldeído é primeiramente formado por meio do aquecimento de uma mistura mista de 162 g de formaldeído aquoso a 37% e 60-65 g de ureia, ajustado para pH 8,0 com 0,53 g de tetraborato de sódio, durante 1 hora a 70°C e depois adicionam-se 276,85 g de água.

15 429 ml deste pré-condensado e 142 ml de água então agitados num reactor de aço de 1 litro e adicionam-se 57,14 g de cloreto de sódio e 0,57 g sódio carboximetil celulose. Depois adicionam-se os componentes do núcleo constituídos por 161,3 g de veículo POLYWAX 500 e 60,7 ml de perfume e o reactor é aquecido até cerca de 10°C acima do ponto de fusão do núcleo. A agitação é ajustada para emulsionar e manter o núcleo derretido no desejado tamanho de gota e o pH do conteúdo é ajustado para cerca de 5,0 com ácido clorídrico diluído.

25 O reactor é depois deixado arrefecer até à temperatura ambiente com uma gradual redução do pH para 2,2 ao longo de um periodo de 2 horas, depois arrefecido até à temperatura ambiente, depois do que o pH é ajustado para 7,0 com solução de hidróxido de sódio a 10%.

30 A pasta resultante que contem as partículas sólidas de núcleo encapsuladas com polímero de ureia-formaldeído pode ser usada directamente ou ser isolada por se-

35

11. MAI. 1990


paração, lavagem e secagem ao ar, se tel fôr necessário.

EXEMPLO XIV

Um detergente granular para lavandaria compreende a composição detergente do Exemplo IV(A), acima, mas com a substituição das partículas perfumadas desse exemplo por uma quantidade equivalente (2% em pêsô da composição acabada) das partículas com o revestimento friável de uréia-formaldeído, feitas de acordo com o Exemplo XI e contendo cerca de 10% (em pêsô das partículas perfumadas) do referido revestimento (tamanho médio das partículas revestidas < 150 microns).

EXEMPLO XV

O detergente do Exemplo XIV é duplicado utilizando o revestimento friável dos Exemplos XII e XIII, respectivamente, a um pêsô de revestimento de cerca de 1%-5% (média) em pêsô de partícula perfumada (tamanho médio de partícula revestida na casa dos 40-150 microns).

EXEMPLO XVI

Detergente líquido para lavandaria que é preparado de acordo com o Exemplo VI(A), mas com substituição das partículas perfumadas do exemplo por 3% em pêsô das partículas perfumadas revestidas do Exemplo XII (pêsô médio de revestimento 5%-7%; tamanho médio da partícula revestida na casa dos 40-100 microns).

EXEMPLO XVII

Amaciador de tecidos para uso num banho de enxa-

11. MAI. 1990
[Signature]

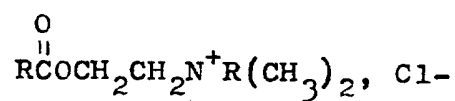
1

guamento aquoso de lavanderia que é como segue.

	Componente	PÊSO %
5	Amaciador A*	3,00
	Amaciador B*	5,00
	HCl	0,29
10	Polidimetilsiloxano	0,15
	Polietileno glicol (4000)	0,30
	Bronopol (Antimicrobiano)	100 ppm
15	Cloreto de cálcio	30 ppm
	Corante	30 ppm
	Partículas perfumadas revestidas***	4,0
20	Água	Resto

*O Amaciador A é

25



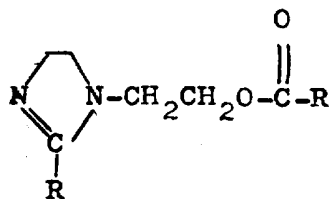
30

em que cada grupo R se encontra dentro da gama C₁₅-C₁₈
alquilo.

***O Amaciador B é

35

11. MAI. 1998



em que cada um dos grupos R se encontra na gama dos C₁₅₋₁₈ alquilo.

***Partículas preparadas de acordo com o Exemplo XII.
Tamanho 100 microns; 5% de peso de revestimento.

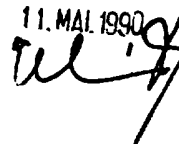
Quando utilizado no banho de enxaguamento de uma máquina de lavar automática, o revestimento das partículas perfumadas do Exemplo XVII é perfurado e as partículas transmitem uma fragrancia ao tecido a ser tratado.

EXEMPLO XVIII

Um amaciador de tecidos para utilização no banho de enxaguamento aquoso de lavagem é como segue.

COMPONENTE	PESO
Amaciador *C	3,7
TAMET***	0,3
GMS***	1,20
Ácido fosfórico	0,023
Polidimetilsiloxano (350)	0,10
Glutaraldeído	550 ppm

11. MAI 1990



Corante azul

10 ppm

Partículas perfumadas revestidas****

3,0

*(R¹)₂(CH₃)₂N⁺, Br⁻, em que R¹ é misturado C₁₂-C₁₈ alquilo (isto é, "sêboalquilo")

**TAMET é sêboalquilo N (CH₂CH₂OH)₂

***GMS é mono-estearato de glicerilo.

****Partículas perfumadas revestidas conforme o Exemplo XIII, peneiradas para um tamanho médio de partícula inferior a 150 microns. Pêso do revestimento 3%.

Os tecnicos entenderão que os aniões, X, usados com qualquer um dos amaciadores catiónicos de tecidos aqui apresentados são assunto de escolha rotineira e que X pode ser, por exemplo, cloreto, brometo, metilsulfato e semelhantes. Podem ser usadas misturas de amaciadores tal como podem usar-se misturas de aniões.

EXEMPLO XIX

A composição detergente do Exemplo VI(A) é modificada pela utilização de partículas perfumadas com revestimento friáveis (melamina/ureia/formaldeído; rácio molar 0,1/1/1,1; 300 microns de tamanho) com pêso de revestimento de 1% e 20%, respectivamente.

O formulador apreciará que o pêso (ou a espessura) dos revestimentos friáveis funcionais pode ser ajustado de acordo com a utilidade em vista. Por exemplo,

1 até revestimentos relativamente espessos rouperão e li-
bertarão as suas partículas perfumadas nas condições das
máquinas de lavar europeias, que podem envolver tempos
5 de lavagem de muitos minutos, a elevadas temperaturas e
consideravel agitação. Em contraste, as condições das
máquinas de lavar dos Estados Unidos são muito mais cur-
tas e mais suaves, de forma que deverá ser utilizado me-
nos material de revestimento. Para os amaciadores de te-
cido, a agitaçã*i* e o tempo de agitação são geralmente in-
feriores aos da lavagem.

15 1ª. - Processo para a preparação de uma composi-
ção detergente, caracterizado pelo facto de a mesma com-
preender:

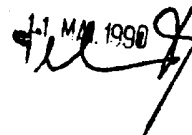
20 a) entre 1 % e 90 % de um agente tensio-activo
seleccionado de um grupo constituído por agentes tensio-
-actvos aniónicos não-iónicos, iões-hermafrodita catiô-
nicos, anfolíticos e suas misturas; e

b) uma quantidade de partículas perfumadas para
cotar a composição com entre 0,001 % e 10 % de perfume.

25 2ª. - Processo para a preparação de uma composi-
ção detergente de acordo com a reivindicação 1, caracte-
rizado pelo facto de a mesma compreender:

30 a) de 10 % a 40 % de um agente tensio-activo se-
leccionado do grupo constituído por agentes tensio-acti-
vos aniónicos, não-iónicos, iões-hermafrodita, anfolíti-
cos, catiónicos e suas misturas;

35 b) de 5 % a 50 % de um material formador de de-
tergência, e pelo facto de conter

4-1 MAR 1990


1 c) uma quantidade de partículas perfumadas para
dotar a composição com entre 0,1 % e 3,0 % de perfume.

5 3ª. - Processo de acordo com a reivindicação 1,
caracterizado pelo facto de nas partículas perfumadas com
um tamanho médio inferior a 350 microns, de preferência
menos do que 300 microns, que compreendem entre 5 % e 70 %
de preferência entre 5 % e 50 %, em peso de um perfume, o
10 referido perfume se encontrar disperso em entre 30 % e
95 % de um veículo polimérico insolúvel na água com um pê-
so molecular de entre 100 e 30.000, um ponto de fusão de
37°C a 190°C e um valor de dureza de entre 0,1 a 15.

15 4ª. - Processo de acordo com as reivindicações 1
e 2, caracterizado pelo facto de o material sensível ao
pH das partículas ser seleccionado do grupo constituído
por resinas acrílicas, ftalato de acetato de celulose e
trimeliciato de acetato de celulose.

20 5ª. - Processo de acordo com a reivindicação 1,
caracterizado pelo facto de nas partículas o material vei-
cular ter um peso molecular de entre 500 e 5.000 e um va-
lor de dureza de 0,1 a 8.

25 6ª. - Processo de acordo com a reivindicação 5,
caracterizado pelo facto de nas partículas o material vei-
cular ser escolhido do grupo constituído por polietilenos,
30 poliamidas, polistirenos, poliisoprenos, policarbonatos,
poliésteres, poliacrilatos, polímeros de vinilo, poliure-
tanos e suas misturas.

35 7ª. - Processo de acordo com a reivindicação 6,
caracterizado pelo facto de nas partículas o material vei-

11 MAI 1990
[Handwritten signature]

1 cular compreender polietileno.

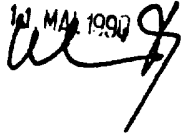
5 8ª. - Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo facto de as partículas compreenderem ainda entre 5 % e 50 % de um revestimento de material sensível ao pH sobre a superfície exterior da partícula.

10 9ª. - Processo de acordo com a reivindicação 6, caracterizado pelo facto de o material sensível ao pH das partículas compreender ainda entre 0,5 % e 10 % em pês, das partículas perfumadas, de um material plastificador seleccionado do grupo constituído por ftalato de dietilo, citrato de tributilo e citrato de acetiltributilo.

15 10ª. - Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo facto de as partículas compreenderem ainda entre 1 % e 25 % de um revestimento de material substantivo textil na superfície exterior da partícula, em que o referido material substantivo textil é seleccio
20 nado de um grupo constituído por metilsulfato de diseboalquildimetilamónio, cloreto de diseboalquildimetilamónio, metilsulfato de dicôcoalquildimetilamónio, cloreto de dicôcoalquildimetilamónio e suas misturas.

25 11ª. - Processo para a preparação de uma composição condicionadora textil de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo facto de a mesma compreender:

30 a) entre 1 % e 90 % de um agente condicionador escolhido do grupo constituído por amaciadores catiónicos; e pelo facto de conter

10 MAI 1990


1 b) uma quantidade de partículas perfumadas de reivindicação 6, para dotar a composição com entre 0,001 % e 10 % de perfume.

5 12^a. - Processo de acordo com a reivindicação 11, caracterizado pelo facto de a referida composição condicionadora ser constituída por:

10 a) de 3 % a 35 % de um amaciador catiónico seleccionado do grupo constituído por sais catiónicos de monitrogénio quaternário de amónio, sais de imidazolínio, sais de di(2-amidoetil)metil amónio quaternário, 1(2-seboilamidoetil)-2 seboilimidazolina e suas misturas; e

15 b) uma quantidade de partículas perfumadas de acordo com a reivindicação 6 para dotar a composição com entre 0,1 % e 3,0 % de perfume.

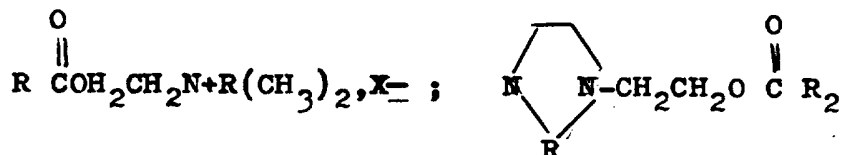
20 13^a. - Processo para a preparação de uma composição detergente branqueadora para lavandaria de acordo com as reivindicações precedentes, caracterizado pelo facto de a referida composição compreender:

25 a) de 2 % e 50 % de um agente branqueador; e pelo facto de conter

30 b) uma quantidade de partículas perfumadas da reivindicação 1, para dotar a composição com entre 0,1 % e 10 % de perfume.

35 14^a. - Processo para a preparação de uma composição amaciadora de acordo com as reivindicações anterior-

res, caracterizado pelo facto de a referida composição ser constituída por um agente ou amaciador de tecidos ou fibras ou anti-estático escolhido de entre



em que cada R está dentro da gama alquil $\text{C}_{15}\text{-C}_{18}$; e

$(\text{R}^1)_2 (\text{CH}_3)_2, \text{N}^+\text{X}^-$ em que cada grupo R^1 é $\text{C}_{12}\text{-C}_{18}$ alquilo e suas misturas; e em que X é um anião, e pelo facto de a referida composição conter as partículas perfumadas de acordo com a reivindicação 3 encapsuladas por um revestimento friável.

Lisboa, 11.MAI.1990

Por THE PROCTER & GAMBLE COMPANY

O AGENTE OFICIAL

Vasco Marques Leite

VASCO MARQUES LEITE

Agente Oficial

da Propriedade Industrial

Cartório - Arco de Conceição, 3. 1.º-1100 LISBOA