

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

(11) **PI0010571-6 B1**



\* B R P I 0 0 1 0 5 7 1 B 1 \*

(22) Data de Depósito: 15/05/2000  
(45) **Data da Concessão: 09/02/2010**  
(RPI 2040)

**(51) Int.Cl.:**  
C11D 17/00 (2010.01)  
C11D 3/39 (2010.01)  
C11D 3/386 (2010.01)

---

(54) Título: **TABLETE DE DETERGENTE DE COMPOSIÇÃO PARTICULADA COMPRIMIDA.**

(30) Prioridade Unionista: 21/05/1999 GB 9911949.7

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

(72) Inventor(es): Anja Leonarda M. van Asperen, Atze Jan Van Der Goot, Mark Van Der Veen, Patrick Van Der Waal, Rene Lammers, Robert Ernst Niemantsverdriet, Seeng Djiang Liem

## "TABLETE DE DETERGENTE DE COMPOSIÇÃO PARTICULADA COMPRIMIDA"

Esta invenção refere-se a tabletes de composição de detergente particulada compactada adequada para lavagem de tecidos.

5 Composições de detergente em forma de tablete têm sido descritas em um número de documentos incluindo, por exemplo, GB 911204 (Unilever), WO 90/02165 (Henkel) e EP-A-711827 (Unilever) e são vendidas agora comercialmente. Tabletes têm várias vantagens sobre produtos em pó: eles não requerem medição e são assim mais fáceis de manusear e distribuem-  
10 se dentro da carga de lavar, e eles são mais compactos, portanto facilitando mais armazenamento econômico.

Uma questão que tem sido considerada na formulação de tabletes de detergente é a incorporação de ingredientes alvejantes, especialmente quando a presença de ingredientes sensíveis a alvejar tais  
15 como enzimas e perfume é também desejada. Em um tablete comprimido, os ingredientes são muitos mais intimamente associados um com outro que em um pó, e poderia ser previsto que quaisquer interações adversas e instabilidade serão exacerbadas.

Tem se tornado lugar-comum usar um alvejante de peroxigênio inorgânico juntamente com um ativador alvejante. O último é  
20 usualmente um composto orgânico que reage com o alvejante de peroxigênio no licor de lavagem para gerar uma espécie de alvejante tal como ácido peracético o qual é eficaz em temperatura de lavagem mais baixa que o alvejante.

25 EP 737 738 (Clean tabs) divulga tabletes alvejantes compreende percarbonato de sódio revestido e um ativador alvejante (TAED). Entretanto, este documento não ensina a separação de percarbonato e de ativador alvejante. O tabletes alvejantes são pretendidos serem usados juntamente com usuais composições de detergente têxteis.

EP 0 481 793A (Unilever) é dirigida para resolver os problemas de armazenamento particulares que aparecem quando percarbonato de sódio,  $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 1.5\text{H}_2\text{O}$ , é incluído em uma formulação de tablete. Este persal é menos estável que perborato de sódio na presença de  
5 umidade, e portanto mais prontamente sofre decomposição prematura em que peróxido de hidrogênio é liberado e este decompõe prontamente. A solução proposta é separar o percarbonato de sódio de qualquer outro ingrediente da composição em detrimento de sua estabilidade por segregação em uma região distinta de tablete.

10 Esta segregação pode ser alcançada isolando-se o percarbonato em uma região de tablete a qual pode ser uma camada, núcleo ou inserção, enquanto outros ingredientes estão presentes em outra(s) região(ões), que pode ser outras camadas ou o corpo principal ou matriz de tablete. Alternativamente, é sugerido que o percarbonato esteja presente em  
15 regiões que são grânulos relativamente grandes ou fios distribuídos por todo o corpo principal ou matriz de tablete, os grânulos ou fios sendo protegidos por revestimento ou encapsulamento com um material solúvel em água.

Exemplos no pedido demonstraram que decomposição de percarbonato ocorre mesmo na ausência de ativador alvejante e é reduzida  
20 quando o percarbonato é segregado em região(ões) distinta(s).

EP 481 792 (Unilever) divulga um tablete de detergente de lavagem de roupa suja contendo uma composição alvejante particulada que pode compreender um ativador alvejante.

GB 911 204 (Unilever) divulga tabletes de detergente em  
25 camadas contendo alvejante de persal, por exemplo, perborato de sódio, e certos ativadores alvejantes, por exemplo, acetoxibenzeno sulfonato de sódio e anidrido ftálico. Para evitar desestabilização, o ativador alvejante é segregado dos remanescentes ingredientes de tablete, incluindo alvejante de persal. Segregação é alcançada colocando-se o ativador alvejante em uma

camada ou seção separada.

Em contraste, EP 395 333A (Unilever) divulgou tabletes de detergente contendo perborato de sódio em conjunção com um ou mais ingredientes sensíveis a alvejar - tetraacetiltilenodiamina (TAED) ou  
5 ativador alvejante similar, enzima, fluorescente, ou qualquer combinação destes - assim como composto ativo de detergente, reforçadores de detergência e opcionalmente outros ingredientes. O persal não é segregado dos ingredientes sensíveis a alvejar.

Este documento ensinou que segregação de ativador alvejante  
10 de alvejante de perborato não foi necessária para TAED e ativadores similares. Quando composições foram preparadas contendo ambos perborato e TAED juntos, e então armazenadas ambas como pós ou como tabletes compactados daqueles pós, uma perda de atividade alvejante durante armazenamento foi observada mas não houve perda significamente maior  
15 nos tabletes. Em um número de casos os tabletes mostraram melhor branqueamento depois de armazenamento de que pós onde os ingredientes não estão em tal estreita proximidade.

Este documento também mostrou uma verificação similar quando enzimas foram incorporadas em pós com o sistema alvejante e uma  
20 comparação foi feita de estabilidade de enzima ambos nestes pós e nos tabletes compactados dos pós. Durante armazenamento a decomposição da enzima nos tabletes, onde a compactação tinha necessariamente levado a enzima em estreita proximidade com o sistema alvejante não foi significamente maior e em alguns casos foi menos de que observado com  
25 pós.

WO 99/35225 e WO 99/35229 para WO 99/35236 (Henkel) todos divulgam segregação de ingredientes dentro de tabletes de detergente de lavagem de roupa suja de camada dupla.

Surpreendentemente, tem agora sido verificado que a

estabilidade dos ingredientes sensíveis a alvejar podem ser adicionalmente aumentada encapsulando-se o percarbonato de sódio e em adição segregando esses ingredientes sensíveis de percarbonato de sódio (encapsulado), ainda que estabilidade de percarbonato não seja muito afetada por tal “segregação dupla”. Portanto, em um primeiro aspecto, a presente invenção fornece um tablete de composição de detergente particulada compacta compreende um composto ativo de detergente, um reforçador de detergência, um sistema alvejante compreende percarbonato de sódio na forma de partículas tende um revestimento de material solúvel em água juntamente com ativador alvejante que é de preferência pelo menos um ativador alvejante selecionado de ativadores alvejantes de amina N-diacilada e N,N'-poliacilada, e opcionalmente outros ingredientes de detergente, cujos tabletes compreendem uma pluralidade de regiões distintas, cada qual é pelo menos 10 % de peso total de tablete, e em que os ativadores alvejantes e as partículas contendo o percarbonato de sódio dentro um revestimento solúvel em água são concentrados em regiões diferentes respectivas de tablete.

Em um segundo aspecto, a presente invenção fornece um tablete de composição de detergente particulada compacta compreende um composto ativo de detergente, um reforçador de detergência, um sistema alvejante compreende percarbonato de sódio na forma de partículas tende um revestimento de material solúvel em água, pelo menos uma enzima e opcionalmente outros ingredientes de detergente, onde o tablete compreende uma pluralidade de regiões distintas cada qual é pelo menos 10 % de peso total de tablete e em que a referida enzima e as partículas contendo o percarbonato de sódio dentro um revestimento solúvel em água são concentradas em regiões diferentes respectivas de tablete.

Será apreciado que nesta invenção ambos ativador alvejante e enzima podem ser incorporados na(s) mesma(s) região(ões) de tablete enquanto percarbonato de sódio é concentrado em uma região ou regiões

diferentes.

Preferencialmente uma região ou regiões em que percarbonato de sódio é concentrado contém pelo menos 80%, melhor pelo menos 90% ou 95% de percarbonato de sódio presente no tablete e melhor ainda todo ele. É preferido que tais regiões contenham no máximo 20% de todo o ativador alvejante e/ou no máximo 20% de uma enzima de detergente presente no tablete, mais de preferência não mais que 10% do ativador alvejante e não mais que 10% da enzima, presentes no tablete. Correspondentemente uma região ou regiões em que ativador alvejante é concentrado ou em que uma enzima é concentrada de preferência contém pelo menos 80% de ativador alvejante ou enzima respectivamente presente no tablete mais de preferência pelo menos 90% ou 95% de ativador alvejante ou enzima e no máximo 20% de preferência no máximo 10% ou 5% de percarbonato de sódio presente no tablete.

Se mais que uma enzima é usada em um tablete, é possível, mas não preferido, segregar uma enzima mas não segregar uma outra enzima de percarbonato revestido. Preferencialmente todos os tipos de enzima presentes são segregados juntos tal que uma ou mais regiões contêm pelo menos 90 ou 95% de toda a enzima mas não mais que 20% de percarbonato. Pode haver segregação muito completa tal que regiões que contêm alvejante, enzima ou ambos, são livres de percarbonato.

Como será mencionado em mais detalhe abaixo, tabletes desta invenção podem conter reforçador de detergência solúvel em água ou insolúvel em água mas a invenção é particularmente aplicável a tabletes que contêm reforçador de detergência de aluminossilicato insolúvel em água. A(s) região(ões) distinta(s) são de preferência na forma de camadas de tablete tendo duas ou mais camadas mas outras possibilidades também existem.

Materiais que podem ser incorporados em tabletes desta invenção, preferências concernentes a estes materiais, e outros aspectos serão agora descritos e exemplificados em mais detalhe.

### Regiões distintas

As regiões distintas podem ser na forma de camadas, e um tablete com duas camadas é uma forma de realização da presente invenção. Uma camada deste tablete de duas camadas contém as partículas de percarbonato de sódio revestido, e a outra camada as partículas de ativador alvejante. Cada camada de um tal tablete é de preferência substancialmente homogênea, ou seja, é o produto de compactação de uma composição particulada única, embora aquela composição particulada possa ter sido preparada misturando-se um número de componentes e todas suas partículas não serão necessariamente idênticas. Tipicamente, um tal tablete de duas camadas é feito em uma prensa de tablete preenchendo-se uma parte da matriz com a composição da primeira camada, pressionando esta camada, e então adicionando a composição da segunda camada antes de pressionar o tablete por um segundo período. É preferido que as duas camadas deste tablete não sejam iguais em tamanho - um razão em peso de 10 : 90 para 40 : 60 é preferível, e uma razão de 20 : 80 para 30 : 70 é mais preferido, com uma razão de 25 : 75 sendo mais preferido. Usualmente, as partículas de percarbonato estão presentes na camada mais larga.

Uma forma de realização alternativa preferida da invenção é um tablete que tem um par de faces opostas espaçadas à parte de cada outro e unidos por uma superfície periférica de tablete, em que o tablete é subdividido em pelo menos duas regiões que são cada qual visíveis em uma referida face. Um tal tablete é um tende um núcleo central passando através de tablete inteiro. Um método particular de fabricar tais tabletes é descrito em nosso pedido copendente, GB 9901688.3.

Outras formas de regiões distintas são conhecidas para tabletes de detergente e são incluídas na presente invenção, e inclui núcleos que não passam todo o caminho através de tablete e uma região central completamente envolvida por uma região exterior.

### Grânulos de percarbonato de sódio

Os grânulos de percarbonato de sódio usados na presente invenção requerem um revestimento de material solúvel em água. Materiais de revestimento adequados devem ser solúveis em água, e não sensíveis à presença de alvejante. Eles incluem sulfato de sódio, carbonato de sódio, cloreto de sódio e borato de sódio. É possível que o material de revestimento será uma mistura de tais materiais.

É improvável que o material de revestimento exceda 20 % em peso de grânulo inteiro. Tipicamente, o revestimento será menos que 5 % em peso de grânulo inteiro, de preferência menos que 3 % em peso. A quantidade mínima de material de revestimento é determinada pelo requerimento que o percarbonato de sódio é completamente encapsulado, mas é provável ser pelo menos 1 % em peso, mais de preferência 2 % em peso.

Grânulos de percarbonato sódio revestidos são comercialmente disponíveis por exemplo de Solvai, que fabrica grânulos revestidos com uma mistura de carbonato de sódio/cloreto de sódio e Kemira que supre grânulos revestidos com sulfato de sódio.

### Ativador alvejante

Ativadores alvejantes preferidos são ativadores alvejantes de amina acilada que têm sido amplamente divulgadas na técnica. Exemplos preferidos incluem precursores de ácido peracético, por exemplo tetraacetiletileno diamina (TAED), que é amplamente usado em pós de detergente.

Um ativador alvejante é requerido em tabletes de primeiro aspecto da presente invenção, mas também podem estar presentes em tabletes de segundo aspecto. Ativador alvejante está usualmente presente em uma quantidade de 1 para 10 % em peso de tablete.

### Outros ingredientes de sistema alvejante

Um sistema alvejante pode também incluir um estabilizador

alvejante (seqüestrante de metal pesado) tal como fosfonato de etilenodiamina tetrametileno, fosfonato de dietilenotriamina pentametileno, e dissuccinato de etilenodiamina (EDDS).

### Perfumes

5 Perfumes são conhecidos para ser sensíveis à presença de sistemas alvejantes e mostram um aumento surpreendente em estabilidade de armazenamento nos tabletes de primeiro aspecto da presente invenção, comparados ao tabletes onde unicamente um forma de segregação de percarbonato de sódio e ativador alvejante é usada. Assim é preferido que  
10 tabletes de primeiro aspecto contenham um perfume. Este perfume pode estar presente em unicamente uma região de tablete, mas pode estar presente na região contendo percarbonato revestido, e pode estar presente através de tablete inteiro.

Como é bem conhecido, um perfume normalmente consiste  
15 em uma mistura de um número de materiais de perfumaria, cada qual tem uma fragrância. O número de materiais de perfumaria em um perfume é tipicamente dez ou mais. A faixa de materiais de fragrância usados em perfumaria é muito ampla; os materiais vêm de uma variedade de classes químicas, mas em geral são óleos hidrofóbicos. Em muitos casos, o peso  
20 molecular de um material de perfumaria está em excesso de 150, mas não excede 300.

Embora a invenção não seja limitada para materiais de perfumaria específicos, alguns materiais de perfumaria que podem ser usados incluem: acetil cedreno; 4-acetóxi-3-pentiltetra-hidropirano; 4-acetil-6-t-  
25 butil-1, 1-dimetilindano, disponível sob a marca registrada "CELESTOLIDE"; 5-acetil-1, 1,2,3,3,6-hexametilindano, disponível sob a marca registrada "PHANTOLIDE"; 6-acetil-1-isopropil-2,3,3,5-tetrametilindano, disponível sob a marca registrada "TRASEOLIDE"; aldeído alfa-n-amilcinâmico; salicilato de amila; aubepina; aubepina nitrila;

aurantiona; acetato de 2-t-butilciclo-hexila; 2-t-butilciclo-hexanol; 3-(p-t-butilfenil) propanal; acetato de 4-t-butilciclo-hexila; 4-t-butil-3, 5-dinitro-2,6-dimetil acetofenona; 4-t-butilciclo-hexanol; resinóides de benzoína de Sião; benzoato de benzila; acetato de benzila; propionato de benzila;

5 salicilato de benzila; éter de benzil isoamila; álcool de benzila; óleo de bergamota; acetato de bornila; salicilato de butila; carvacrol; óleo de atlas cedro; cedril metil éter; acetato de cedrila; álcool cinâmico; propionato de cinamila; cis-3-hexenol; salicilato de cis-3-hexenila; óleo de citronela; citronelol; citronelonitrila; acetato de citronelila; citroneliloxiacetaldeído;

10 óleo de folha de cravo; cumarina; 9-decen-1-ol; n-decanal; n-dedecanal; decanol; acetato de decila; ftalato de dietila; di-hidromircenol; formato de di-hidromircenil; acetato de di-hidromircenila, acetato de di-hidroterpinila; acetato de dimetilbenzil carbinila; dimetilbenzilcarbinol; dimetil-heptanol; dimetiloctanol; dimircetol; óxido de difenila; etil naftil éter; etil vanilina;

15 brassilato de etileno; eugenol; geraniol; óleo de gerânio; geranonitrila; geranil nitrila; acetato de geranila; 1,1,2,4,4,7-hexametil-6-acetil-1,2,3,4-tetra-hidronaftaleno, disponível sob a marca registrada "TONALID"; 1,3,4,6,7,8-hexa-hidro-4,6,6,7,8,8-hexametilciclopenta-2-benzopirano, disponível sob a marca registrada "GALAXOLIDE"; 2-n-

20 heptilciclopentanona; 3a,4,5,6,7,7a-hexa-hidro-4,7-metano-1(3)H-inden-6-ilacetato, disponível sob a marca registrada "FLOROCICLENE"; 3a,4,5,6,7a-hexa-hidro-4,7-metano-1(3)H-iden-6-ilacetato, disponível sob a marca registrada "JASMACICLENEI"; 4-(4'-hidróxi-4'-metilpentil)-3-ciclohexenocarbaldeído; aldeído alfa-hexilcinâmico; heliotropina; Herculina D;

25 hexil aldona; aldeído hexil-cinâmico; salicilato de hexila; hidroxicitronelal; formate de i-nonila; 3-isocamfilciclo-hexanol; 4-isopropilciclo-hexanol; 4-isopropilciclo-hexil metanol; indela; iononas; ironas; salicilato de isoamila; isoborneol; acetato de isobornila; salicilato isobutila; isobutilbenzoato; acetato de isobutilfenila; isoeugenol; isolongifolanona; isometil iononas;

isononanol; acetato de isononila; isopulegol; óleo de lavandina; óleo de capim limão; linalool; acetato de linalila; LRG 201; 1-mentol; 2-metil-3-(p-isopropilfenil)propanal; 2-metil-3-(p-t-butilfenil)propanal; 3-metil-2-pentilciclopentanona; 3-metil-5-fenil-pentanol; alfa e beta metil naftil cetonas; metil iononas; metil di-hidrojasmonato; metil naftil éter; metil 4-propil fenil éter; Mousse de chene Iugo; Almíscar de ambreta; mirtenol; óleo de nérole; nonanediol-1,3-diacetato; nonanol; acetato de nonanolida-1,4, nopol; 1,2,3,4,5,6,7,8-octa-hidro-2, 3,8,8-tetrametil-2-acetil-naftaleno, disponível sob a marca registrada "ISO-E-SUPER"; octanol; resinóide de Oppoponax; óleo de laranja; p-t-amilciclo-hexanona; aldeído p-t-butilmetilhidrocinâmico; 2-feniletanol; acetato de 2-feniletil; 2-fenilpropanol; 3-fenilpropanol; para-mentan-7-ol; para-t-butilfenil metil éter; óleo de patchuli; pelargônio; óleo de grão pequeno; isobutirato de fenoxietila; fenilacetaldeído de dietil acetal; fenilacetaldeído de dimetil acetal; feniletil n-butil éter; feniletil isoamil éter; acetato de feniletilfenila; óleo de folha de pimento; rosa-d-óxido; Sandalone; acetato de estiralila; 1,1,4,4-tetrametil-6-acetil-7-etil-1,2,3,4-tetra-hidronaftaleno, disponível sob a marca registrada "VERSALIDE"; acetato de 3,3,5-trimetil hexila; 3,5,5-trimetilciclo-hexanol; terpineol; acetato de terpinila; tetra-hidrogeraniol; tetra-hidrolinalool; tetrahidromuguol; tetra-hidromircenol; óleo de tomilho; acetato de triclorometilfenicarbinila; acetato de triciclodecenila; propionato de triciclodecenila; 10-undecen-1-al; gama undecalactona; 10-undecen-1-ol undecanol; vanilina; vetiverol; acetato de vetiverila; óleo de vetivéria; acetato e propionato de ésteres de álcoois na lista acima; fragrâncias de nitroalmíscar aromáticas; fragrâncias de indano almíscar; fragrâncias de isocromano almíscar; cetonas macrocíclicas; fragrâncias de macrolactona almíscar; e fragrâncias de tetralina almíscar.

Perfumes frequentemente incluem solventes ou diluentes, por exemplo: etanol, isopropanol, dietileno glicol monoetil éter, dipropileno

glicol, ftalato de dietila e citrato de trietila.

Perfumes que são usados nesta invenção podem, se desejado, ter propriedades de desodorantes como divulgo em US-A-4.303.679, US-A-4.663.068 e EP-A-545.556.

5 Estes perfumes podem ser incorporados dentro da composição particulada para serem compactados por meios convencionais, tais como borrifando-se sobre a composição, ou por adsorção sobre um veículo sólido que é incorporado dentro da composição. Um tipo particular de partículas contendo perfume é descrito em WO 96/21719 (Unilever).

## 10 Enzimas

Os tabletes do primeiro aspecto da presente invenção podem conter uma das enzimas de detergência bem conhecidas na técnica por sua habilidade para degradar várias sujeiras e manchas e assim ajudar em sua remoção. Uma enzima é um constituinte requerido de tabletes de acordo com  
15 um segundo aspecto da invenção.

Enzimas adequadas incluem várias proteases, celulasas, lipases, amilases, oxidases e misturas destes, que são projetadas para remover uma variedade de sujeiras e manchas de tecidos. Celulasas têm também uma função de amaciar tecido. Enzimas de detergência são comumente  
20 empregadas na forma de partículas ou marumes, opcionalmente com um revestimento protetor, em quantidade de cerca de 0,01 % freqüentemente de 0,1 % a cerca de 3 % em peso do tablete. Um teor total de enzima pode exceder 3 % mas é improvável exceder 5 %. A quantidade de qualquer uma enzima está provavelmente situada em uma faixa de 0.01 % a 3 % em peso do  
25 tablete inteiro.

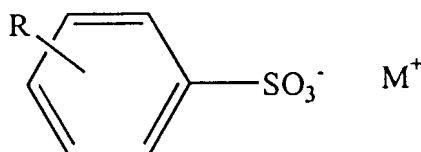
## Compostos ativos de detergente

Compostos ativos de detergente estão adequadamente presentes em uma quantidade de 2 % ou 5 % até 50 % em peso, mais de preferência de 5 % ou 8 % até 40 % em peso do tablete inteiro. Esses

usualmente serão tensoativos aniônicos e não iônicos e misturas dos dois. Anfóteros (incluindo zwitteriônico) e menos comumente detergentes catiônicos podem também ser usados.

### Compostos de Tensoativo Aniônico

5 Tensoativos aniônicos sintéticos (isto é, não sabão) são bem conhecidos por aqueles versados na técnica. O tensoativo aniônico pode compreender, completamente ou predominantemente, sulfonato de alquil benzeno linear da fórmula:



10 onde R é alquila linear de 8 a 15 átomos de carbono e  $\text{M}^+$  é um cátion solubilizante, especialmente sódio.

Sulfato de alquila primária tendo a fórmula



15 em que R é uma alquila ou cadeia de alquênica de 8 a 18 átomos de carbono especialmente de 10 para 14 átomos de carbono e  $\text{M}^+$  é um cátion solubilizante, é também comercialmente significativo como um tensoativo aniônico e pode ser usado nesta invenção.

Freqüentemente, tal sulfonato de alquil benzeno linear ou sulfato de alquila primária da fórmula acima, ou uma mistura destes será o desejado tensoativo aniônico não sabão e pode fornecer 75 para 100 % em peso de qualquer tensoativo aniônico não sabão na composição.

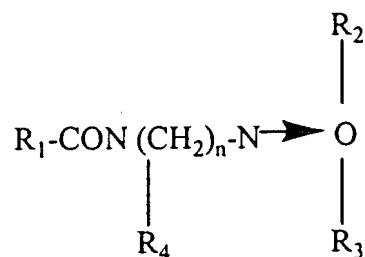
20 Exemplos de outros tensoativos aniônicos não sabão incluem sulfonatos de olefina; sulfonatos de alcano; sulfosuccinatos de dialquila; e sulfonatos de éster de ácidos graxos.

25 Um ou mais sabões de ácidos graxos podem também ser incluídos em adição ao tensoativo aniônico não sabão. Exemplos são sabões de sódio derivados dos ácidos graxos de óleo de coco, gordura de carne, óleo de semente de colza endurecida ou girassol.



onde  $R_4$  uma cadeia de hidrocarboneto alifática que contém 7 a 17 átomos de carbono,  $R_2$  e  $R_3$  são independentemente hidrogênio, alquila de 1 a 4 átomos de carbono ou hidroxialquila de 1 a 4 átomos de carbono tal como  $\text{CH}_2\text{OH}$ ,  $Y$  é  $\text{CH}_2$  ou da forma de  $\text{CONHCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2$  (amidopropil betaína);  $Z$  é tanto  
 5 um  $\text{COO}^-$  (carboxibetaína), ou da forma  $\text{CHOHCH}_2\text{SO}_3^-$  (sulfobetaina ou hidróxi sultaína).

Um outro exemplo de tensoativo anfótero é óxido de amina da fórmula



onde  $R_1$  é  $\text{C}_{10}$  a  $\text{C}_{20}$  alquila ou alquenila

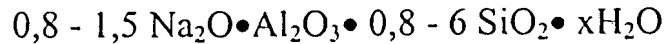
10  $R_2$ ,  $R_3$  e  $R_4$  são cada qual hidrogênio ou  $\text{C}_1$  a  $\text{C}_4$  alquila enquanto  $n$  é de 1 a 5.

#### Reforçador de detergência

Os tabletes de detergente da invenção contêm um ou mais reforçadores de detergência, convenientemente em uma quantidade de 5 a 80  
 15 % em peso, de preferência de 20 para 80 % em peso. Estes reforçadores podem ser tanto insolúveis em água ou solúveis em água, e uma mistura dos dois é também incluída dentro o escopo de presente invenção.

Reforçadores de detergência inorgânicos contendo fósforo solúvel em água incluem os ortofosfatos, metafosfatos, pirofosfatos e  
 20 polifosfatos de sódio e potássio.

Aluminossilicatos de metal alcalino são fortemente favorecidos como reforçadores insolúveis em água aceitáveis ambientalmente para lavagem de tecido. Aluminossilicatos de metal alcalino (sódio de preferência) podem ser cristalinos ou amorfos ou misturas destes, tendo a  
 25 fórmula geral:



Estes materiais contêm alguma água unida (indicada como “xH<sub>2</sub>O”) e são requeridos ter uma capacidade de troca de íon de cálcio de pelo menos 50 mg de CaO/g. Os aluminossilicatos de sódio preferidos contêm 1,5-3,5 unidades de SiO<sub>2</sub> (na fórmula acima). Ambos os materiais  
 5 cristalinos e os amorfos podem ser preparados prontamente por reação entre silicato de sódio e aluminato de sódio, como amplamente descrito na literatura.

Reforçadores de detergência de troca de íon de aluminossilicato de sódio cristalino adequados são descritos, por exemplo,  
 10 em GB 1429143 (Proctor & Gamble). Os aluminossilicatos de sódio preferidos deste tipo são os bem conhecidos comercialmente disponíveis zeólitos A e X, o zeólito P descrito e reivindicado em EP 384070 (Unilever) que é também referido como zeólito MAP e misturas destes. Zeólito MAP é disponível de Crosfields sob sua designação Zeólito A24.

15 Concebivelmente, reforçador de detergência insolúvel em água poderia ser um silicato de sódio de em camada cristalina como descrito em US 4.664.839.

NaSKS-6 é a marca registrada para um silicato em camada cristalina comercializado por Hoechst (comumente abreviado como “SKS-  
 20 6”). NaSKS-6 tem a morfologia delta-Na<sub>2</sub>SiO<sub>5</sub> do silicato em camada. Ele pode ser preparado por processos tais como descrito em DE-A-3.417.649 e DE-A-3.742.043. Outros tais silicatos em camada, que podem ser usados têm a fórmula geral NaMSi<sub>x</sub>O<sub>2x+1</sub>·yH<sub>2</sub>O em que M é sódio ou hidrogênio, x é um número de 1,9 a 4, de preferência 2, e y é um número de 0 a 20, de  
 25 preferência 0.

Silicato em camada cristalina pode ser usado na forma de grânulos que também contêm ácido cítrico.

Reforçadores não fosforosos solúveis em água podem ser

inorgânicos ou orgânicos. Reforçadores inorgânicos que podem estar presentes incluem carbonato metal alcalino (geralmente sódio); enquanto reforçadores orgânicos incluem polímeros de policarboxilato, tais como poliacrilatos e copolímeros acrílico/maléico, policarboxilatos monoméricos  
5 tais como citratos, gluconatos, oxidissuccinatos, glicerol mono-, di- e trissuccinatos, carboximetiloxissuccinatos, carboximetiloximalonatos, dipicolinatos e hidroxietiliminodiacetatos.

Silicato de metal alcalino, particularmente orto-, meta- ou dissilicato de sódio tem propriedades de reforçador de detergência e podem  
10 ser usados em quantidade substancial em tabletes para lavagem de pratos de máquina. É desejavelmente incluído em quantidades menores nos tabletes para lavagem de tecido. A presença de tais silicatos de metal alcalino pode ser vantajoso em fornecer proteção contra a corrosão de partes de metal em  
15 máquinas de lavagem, além disso fornecendo algum reforçador de detergência.

O reforçador de detergência pode também compreender um reforçador orgânico tal como NTA (mono-hidrato de nitrilotriacetato de trissódio).

Composições de tablete de preferência incluem polímeros de  
20 policarboxilato, mais especialmente poliacrilatos e copolímeros acrílico/maléico que podem funcionar como reforçadores e também inibem deposição indesejada sobre tecido do licor de lavagem.

Se uma composição é formulada para ter fosfato baixo, a quantidade de reforçador de fosfato inorgânico pode ser menos que 5 % em  
25 peso da composição do tablete.

### Desintegrantes

Um tablete desta invenção pode incluir um material que funciona como um desintegrante. Um tal material pode ser tal como para avolumar em contato com água, assim submetendo a composição do tablete

compactada à pressão interna.

Um número de materiais são conhecidos para uso como avolumando desintegrantes nos tabletes farmacêuticos e estes podem ser usados em tabletes de detergente desta invenção. Exemplos incluem materiais orgânicos tais como amidos, por exemplo, trigo, milho, arroz e amidos de batata e derivados de iniciais, tais como Primojel (Marca Registrada) carboximetil amido e Explotab (Marca Registrada) glicolato de amido de sódio; celuloses e derivados de celulose, por exemplo, Courlose (Marca Registrada) e carboximetil celulose de sódio Nymcel (Marca Registrada), celulose reticulada modificada Ac-di-Sol (Marca Registrada), e fibras celulósicas microcristalinas Hanfloc (Marca Registrada); e vários polímeros orgânicos sintéticos, notavelmente reticulado polvinil pirrolidona, por exemplo, Poliplasdone (Marca Registrada) XI ou Kollidon (Marca Registrada) CL. Desintegrantes de avolumado inorgânicos incluem argila de bentonita.

#### 15 Aglutinante de Polímero

Tabletes desta invenção podem incluir um polímero orgânico solúvel em água, servindo como um aglutinante quando as partículas são compactadas em tabletes. Este polímero pode ser um policarboxilato incluído como um reforçador suplementar, conforme mencionado anteriormente. Ele pode ser aplicado como um revestimento para algum ou todos as partículas constituintes anteriores à compactação.

Como ensinado na patente dos requerentes EP-A-522.766, tais polímeros podem funcionar para acentuar a desintegração do tablete no período de uso, assim como para atuar como um aglutinante para resistência do tablete anterior ao uso.

É preferido que um tal material aglutinante, se presente, deveria fundir em uma temperatura de pelo menos 35°C, melhor em 40°C ou acima, que está acima de temperaturas ambientes em muitos países de temperatura moderada. Para uso em países mais quentes será preferido que a

temperatura de fusão seja um pouco acima de 40°C, a fim de estar acima da temperatura ambiente.

Por conveniência a temperatura de fusão do material do aglutinante deveria estar baixo 80°C.

5           Materiais aglutinantes preferidos são polímeros orgânicos sintéticos de temperatura de fusão apropriada, especialmente polietileno glicol. Polietileno glicol de peso do molecular médio de 1.500 (PEG 1500) funde a 45°C e tem provado ser adequado. Polietileno glicol de peso molecular superior, notavelmente 4.000 ou 6.000, pode também ser encontrado.

10           Outras possibilidades são polivinilpirrolidone, e poliacrilatos e copolímeros de acrilato solúveis em água.

          O aglutinante pode adequadamente aplicado às partículas borrifando-se, por exemplo assim como uma solução ou dispersão. Pode ser aplicado a partículas que contêm tensoativo orgânico. Se usado, o aglutinante é de preferência usado em uma quantidade dentro da faixa de 0,1 a 10 % em peso da composição do tablete, mais de preferência a quantidade é pelo menos 1 % ou mesmo pelo menos 3 % em peso dos tabletes. Preferencialmente a quantidade não está acima de 8 % ou até mesmo 6 % em peso a menos que o aglutinante sirva de alguma outra função adicional.

#### 20    Desintegrantes solúveis em água

          Pedidos de patentes publicados têm revelado que certos materiais solúveis em água funcionam para promover a desintegração do tablete no período de uso e tais materiais podem ser usados nos tabletes desta invenção assim como uma alternativa para, ou em adição a, e desintegrante insolúvel mas avolumável em água.

25           Tais materiais incluem compostos alta solubilidade em água, uma forma especificada de tripolifosfato de sódio e combinações destas duas. Tal material pode estar presente como pelo menos 10 ou 15 % da composição de um tablete ou região deste, possivelmente pelo menos 25 % até 50 ou 60

%, possivelmente mais.

5 Materiais altamente solúveis água, que são uma das duas possibilidades são compostos, especialmente sais, com um solubilidade a 20°C de pelo menos 50 g por 100 g de água. Tais materiais têm sido mencionados nos pedidos de patente publicados dos requerentes incluindo EP-A-711.827 e EP-A-838.519. Uma solubilidade de pelo menos 50 gramas por 100 gramas de água a 20°C é uma solubilidade excepcionalmente alta: muitos materiais que são classificados assim como solúveis em água são menos solúveis que este.

10 Alguns materiais altamente solúveis em água que podem ser usados são listados abaixo, com suas solubilidades expressas assim como gramas de sólido para formar uma solução saturada em 100 gramas de água a 20°C :-

<u>Material</u>	<u>Solubilidade em Água (g/100g)</u>
di-hidrato de citrato de sódio	72
Carbonato de potássio	112
Uréia	>100
Acetato de sódio, anidro	119
Tri-hidrato de acetato de sódio	76
Sulfato de magnésio 7H <sub>2</sub> O	71
Acetato de potássio	>200

15 Em contraste as solubilidades de alguns outros materiais comuns a 20°C são :-

<u>Material</u>	<u>Solubilidade em Água (g/100g)</u>
Cloreto de Sódio	36
Deca-hidrato de sulfato de sódio	21.5
Carbonato de sódio anidro	8.0
Percarbonato de sódio anidro	12
Perborato de sódio anidro	3.7

Tripolifosfato de sódio anidro

15

Preferencialmente este material altamente solúvel em água é incorporado assim como partículas do material em uma forma substancialmente pura (isto é cada tal partícula contém acima de 95 % em peso do material). Entretanto, as referidas partículas podem conter material de tal solubilidade em uma mistura com outro material, desde que material de solubilidade especificada fornece pelo menos 50 % em peso destas partículas, melhor pelo menos 80 %.

Um material particularmente preferido, tri-hidrato de acetato de sódio, é normalmente produzido por um processo de cristalização, de modo que o produto do cristalizado contém 3 moléculas de água de cristalização para cada par de íon de acetato e sódio. Acetato de sódio em uma forma incompletamente hidratada, que pode ser produzida por uma rota de secagem por pulverização, pode também ser usado.

Uma outra possibilidade é que as referidas partículas que promovem desintegração são partículas contendo tripolifosfato de sódio com mais que 50 % deste (em peso das partículas) na forma I da fase anidra. Tais partículas podem conter pelo menos 80 % em peso de tripolifosfato e possivelmente pelo menos 95 %. Tabletes de detergente contendo tal material são o assunto da EP-A-839.906 dos requerentes.

Tripolifosfato de sódio é muito bem conhecido assim como um reforçador seqüestrante em composições de detergente. Ele existe em uma forma hidratada e duas formas cristalinas anidras. Estas são a forma do cristalino anidro normal, conhecido assim como fase II que é a forma de temperatura baixa, e fase I que é estável em alta temperatura. A conversão de fase II para fase I procede razoavelmente rapidamente em aquecimento acima da temperatura de transição, que é cerca de 420 LC, mas a reação reversa é lenta. Consequentemente tripolifosfato de sódio fase I é meta-estável em temperatura ambiente.

Um processo para a fabricação de partículas contendo uma alta proporção da forma de fase I de tripolifosfato de sódio por secagem por pulverização abaixo de 420 LC é fornecido em US-A-4.536.377.

5 Partículas que contêm esta forma de fase I freqüentemente contêm a forma da fase I de tripolifosfato de sódio assim como pelo menos 55 % em peso do tripolifosfato nas partículas. Outras formas de tripolifosfato de sódio usualmente estarão presentes em uma extensão menor. Outros sais podem ser incluídos nas partículas, embora isto não seja preferido.

10 Desejavelmente, este tripolifosfato de sódio é parcialmente hidratado. A extensão de hidratação deveria ser pelo menos 1 % em peso do tripolifosfato de sódio nas partículas. Ela pode situar-se em uma faixa de 2,5 a 4 %, ou pode ser mais alta, por exemplo até 8 %.

Material adequado é comercialmente disponível. Fornecedores incluem Rhone-Poulenc, França e Albright & Wilson, UK.

15 Verificou-se que "Rhodiaphos HPA 3.5" é particularmente adequado. É uma característica deste grau de tripolifosfato de sódio que ele hidrata muito rapidamente em um teste padrão de Olten. Os requerentes verificaram que ele hidrata tão rapidamente quanto tripolifosfato de sódio do anidro, ainda a pré-hidratação aparece ser benéfica em evitar a cristalização  
20 indesejada do hexa-hidrato quando o material entra em contato com água no período de uso.

#### Outros ingredientes

Os tabletes de detergente da invenção podem também conter um fluorescente (brilhante óptico), por exemplo, Tinopal (Marca Registrada)  
25 DMS ou Tinopal CBS disponível de Ciba-Geigy AG, Basel, Suíça. Tinopal DMS é 4,4'-bis-(2-morfolino-4-anilino-s-triazina-6-ilamino) estilbeno dissulfonato de dissódio; e Tinopal CBS é 2,2'-bis-(fenil-estiril) dissulfonato de dissódio.

Um material anti-espuma é vantajosamente incluído,

especialmente se um tablete de detergente é primariamente pretendido para uso em máquinas de lavagem automáticas tipo tambor de carregamento frontal. Materiais anti-espuma em forma granular são descritos em EP 266.863A (Unilever). Tais partículas anti-espuma tipicamente compreendem  
5 uma mistura de óleo de silicone, geléia de óleo, sílica hidrofóbica e fosfato de alquila assim como material ativo anti-espuma, sorvido em um poroso material de carregador inorgânico baseado em carbonato solúvel em água.

Ingredientes adicionais que podem opcionalmente ser empregados em tablete de detergente de lavagem de tecido da invenção  
10 incluem agentes anti-redeposição tais como carboximetilcelulose de sódio, polivinil pirrolidona de cadeia reta (que podem também atuar como um aglutinante, como mencionado anteriormente) e os éteres de celulose tais como metil celulose e etil hidroxietil celulose, seqüestrantes de metal pesado tais como EDTA; polímeros de liberar sujeira, agentes de amaciar tecido,  
15 outros agentes de condicionar tecido, corantes ou pontos coloridos.

#### Distribuição e Tamanho de Partícula

As regiões distintas de um tablete de detergente desta invenção, são cada qual uma matriz de partículas compactadas. Preferencialmente a mistura particulada de partículas, da qual cada região do  
20 tablete é compactada, tem um tamanho de partícula médio antes da compactação na faixa de 200 a 2000  $\mu\text{m}$ , mais de preferência de 250 para 1.400  $\mu\text{m}$ . Partículas finas, menores que 180  $\mu\text{m}$  ou 200  $\mu\text{m}$  podem ser eliminadas peneirando-se antes de tornar tablete, se desejado, embora os requerentes tenham observado que isto não seja sempre essencial.

25 Enquanto a composição particulada inicial pode em princípio ter qualquer densidade em massa, a presente invenção é especialmente relevante aos tabletes feitos compactando-se pós de densidade em massa relativamente alta, por causa de sua maior tendência em exibir problemas de desintegração e dispersão. Tais tabletes têm a vantagem que, conforme

comparado com um tablete derivado de um pó de densidade em massa baixa, uma dada dose de composição pode ser apresentada como um tablete menor.

Assim a composição particulada inicial pode adequadamente ter uma densidade em massa de pelo menos 400 g/litro, de preferência pelo menos 550 g/litro, e talvez pelo menos 600 g/litro.

Composições de detergente granulares de alta densidade em massa preparadas por granulação e densificação em um misturador/granulador de alta-velocidade, conforme descrito e reivindicado em EP 340013A (Unilever), EP 352135A (Unilever), e EP 425277A (Unilever), ou pelos processos contínuos de granulação/densificação descritos e reivindicados em EP 367339A (Unilever) e EP 390251A (Unilever), são inerentemente adequados para uso na presente invenção.

#### Porosidade

A etapa de compactar as partículas reduz a porosidade da composição. Porosidade é convenientemente expressa como a porcentagem de volume que é ar.

O teor de ar de um tablete ou região de um tablete pode ser calculado do volume e peso do tablete ou região, desde que a densidade livre do teor de sólido seja conhecida. O último pode ser medido comprimindo-se uma amostra do material sob vácuo com uma força aplicada muita alta, então medindo o peso e volume do sólido resultante.

A porcentagem de teor de ar de um tablete ou região de um tablete varia inversamente com a pressão aplicada para compactar a composição enquanto a resistência do tablete ou região varia com a pressão aplicada para realizar compactação. Assim quanto maior a pressão de compactação, mais forte torna-se o tablete ou região mas menor o volume de ar dentro.

A invenção pode ser aplicada quando compactando-se composição de detergente particulada para dar tabletes com uma faixa ampla

de porosidades. Especificamente incluída dentre possíveis porosidades é uma porosidade de até 38 % de volume de ar, por exemplo de 10 ou 15 melhor 25 % até 35 % de ar por volume no tablete.

Os seguintes exemplos não-limitantes ilustram a invenção.

5 Exemplo 1

40g de tabletes de detergente foram feitas em uma máquina de fazer tablete de Fette de acordo com três formulações diferentes. Para fabricação de tabletes de duas-camadas a composição para a camada menor foi primeiro colocada dentro do molde de fazer tablete e levemente compactada. O restante da composição para fornecer a camada mais espessa foi a próxima colocada dentro do molde fazer tablete e esta composição juntamente com a camada mais fina já formada foram compactados com força maior por esse meio completando a compactação da camada mais fina, compactando a camada mais espessa e unindo as duas camadas juntas.

15 Cada qual das formulações foram baseadas no seguinte detergente granulado de base em pó:

	<b>% em peso</b>
Na - LAS	24,47
(7EO) não iônico	5,27
(3EO) não iônico	5,55
Sabão	0,75
Tripolifosfato de Sódio	37,98
Copolímero de AA/MA (70:30)	3,35
Silicato de Sódio	8,96
Carboxi metil celulose de sódio	0,48
Fluorescente	0,33
Perfume (borrifado)	0,86
Ingredientes Menores/Umidade	12,00

O pó de base foi então misturado com vários ingredientes

adicionais, incluindo percarbonato de sódio revestido, grânulos de TAED e enzimas.

O percarbonato de sódio revestido usado nas composições estava na forma de partículas com tamanho de partícula médio situado em uma faixa entre 475  $\mu$  e 800  $\mu$ . O teor de finos, menores que 180  $\mu$ , esteve abaixo de 2 % do peso total. Oxigênio disponível foi aproximadamente 13,5 %.

O revestimento forneceu 2,7 % do peso destas partículas e consistia de cloreto de sódio e carbonato de sódio em quantidades iguais em peso, com impureza de sulfato de sódio presente como 10 % do revestimento.

TAED foi incorporado como grânulos com um tamanho médio de 700  $\mu$  contendo 83 % de TAED. Savinase 12,0TX é uma protease.

Três tipos de tablete foram feitos. Ambos tablets 1 e tablets 2 foram feitos com duas-camadas. Tablets Comparativos A foram feitos com uma camada única. Ambos tipos dos dois tablets em camada foram feitos com uma camada fina sendo 25 % do peso do tablete, e uma camada espessa sendo 75 % do peso do tablete. No tablete 1, a formulação é tal que ambas camadas poderiam dissolver em aproximadamente a mesma taxa, enquanto tablete 2 é formulado para permitir para alguma dissolução seqüencial das camadas.

As composições são expostas em mais detalhe na seguinte tabela (em % em peso do tablete/camada):

	Tablete Comparativo A	Tablete 1		Tablete 2	
	Camada Única	Camada Fina	Camada Espessa	Camada Fina	Camada Espessa
Pó de base	45,4	47,4	44,8	29,9	50,6
Grânulos anti-espuma	3,2	-	4,3	-	4,3
STP.HPA	30,3	30,0	30,4	47,5	24,5
Grânulos de TAED	3,4	13,5	-	13,5	-
Percarbonato revestido	15,1	-	20,2	-	20,2
Seqüestrante de metal pesado	1,0	4,0	-	4,0	-
Pontos Coloridos	0,8	3,0	-	3,0	-
Savinase 12,0TX	0,4	1,6	-	1,6	-
Lipolase	0,03	0,1	-	0,1	-

Todos três tablets contêm a mesma quantidade de cada

ingrediente.

Esses tabletes foram embalados em embrulhos fechados formados de película de polímero. As embalagens foram armazenadas a 37°C e 70% de umidade relativa por vários períodos de tempo. Depois de armazenamento, os tabletes foram analisados em relação ao teor de TAED e enzima que permaneceram.

A quantidade de TAED remanescente expressada como uma porcentagem da quantidade (teórica) inicialmente incluída no tablete é exposta na tabela baixo.

T (semanas)	0	2	4	8
Tablete Comparativo A	87,5	78,0	69,4	54,2
Tablete 1	92,2	89,8	94,3	81,9
Tablete 2	91,1	84,1	80,8	70,4

A quantidade de Savinase remanescente expressada como uma porcentagem da quantidade (teórica) inicialmente incluída no tablete é exposta na tabela baixo.

T (semanas)	0	2	4	8
Tablete Comparativo A	96,5	92,3	77,3	48,9
Tablete 1	100,2	92,3	101,8	78,1
Tablete 2	91,9	103,4	94,7	75,0

A porcentagem de perfume remanescente no tablete comparativa A e em ambas camadas de tablete 1 foi determinada por análise de HPLC depois de 4 semanas de armazenamento. Os resultados são mostrados baixo:

	% Remanescente
Tablete Comparativo A	56,4
Tablete 1 – Camada Fina	91,9
Tablete 1 - Camada Espessa	78,9
Tablete 1 - Global	82,1

Esses resultados, que têm um erro experimental de até  $\pm 10$  %, mostram que a estabilidade do TAED, enzima e perfume é grandemente melhorada em um tablete da presente invenção, comparada ao tablete comparativo em que o percarbonato de sódio e ativador alvejante (TAED) é somente segregado por revestimento das partículas do percarbonato de sódio.

### Exemplo 2

Os experimentos acima foram repetidos, usando pó de base de detergente feito de zeólito, com a seguinte composição:

	<b>% em peso</b>
Na - LAS	20,66
(7EO) não iônico	6,09
(3EO) não iônico	3,25
Sabão	1,65
Zeólito	46,29
Carbonato de sódio	6,94
Tri-hidrato de acetato de sódio	5,92
Carbóxi metil celulose de sódio	0,93
Perfume (borrifado)	0,84
Ingredientes Menores/Umidade	7,43

10 Como no exemplo 1, três tipos de tabletes foram feitos. Ambos tabletes 3 e 4 foram feitos com duas-camadas. Tablete comparativo B foi feito com uma camada única. Ambos tipos de tabletes de duas camadas foram feitos com uma camada fina sendo 25 % do peso do tablete, e uma camada espessa sendo 75 % do peso do tablete. No tablete 3, a formulação é  
 15 tal que ambas camadas dissolveriam em aproximadamente a mesma taxa, enquanto tablete 4 é formulado para permitir alguma dissolução seqüencial das camadas.

As composições são expostas em mais detalhe na seguinte

tabela (% em peso do tablete/camada):

	Tablete Comparativo B	Tablete 3		Tablete 4	
	Camada Única	Camada Fina	Camada Espessa	Camada Fina	Camada Espessa
Pó de base	45,4	35,8	48,6	44,4	45,7
Grânulos anti-espuma	1,8	-	2,4	-	2,4
Fluorescente	1,0	-	1,3	-	1,3
Grânulos TAED	5,1	20,6	-	20,6	-
Percarbonato Revestido	14,6	-	19,4	-	19,4
Copolímero de AA/MA (70:30)	1,3	-	1,8	-	1,8
Polímero de liberar sujeira	1,1	-	1,5	-	1,5
Seqüestrante de metal pesado	0,7	2,7	-	2,7	-
Dissilicato de sódio	3,5	-	4,7	-	4,7
Tri-hidrato de acetato de Na	22,8	31,4	20,0	22,8	22,8
Pontos coloridos	1,4	5,6	-	5,6	-
Savinase 12,0TX	0,8	3,2	-	3,2	-
Lipolase	0,1	0,4	-	0,4	-

Todos três tabletes contêm a mesma quantidade de cada ingrediente.

5 Esses tabletes foram armazenados sob as mesmas condições como os tabletes no exemplo 1.

A quantidade de TAED remanescente expressada como uma porcentagem da quantidade (teórica) inicialmente incluída no tablete é exposta na tabela abaixo.

T (semanas)	0	2	4	8
Tablete Comparativo B	99,2	89,7	83,6	73,6
Tablete 3	101,2	94,2	94,4	91,6
Tablete 4	95,6	94,1	95,6	89,7

10 A quantidade de Savinase remanescente expressada como uma porcentagem da quantidade (teórica) inicialmente incluída no tablete é exposta na tabela abaixo.

T (semanas)	0	2	4	8
Tablete Comparativo B	91,9	89,6	86,5	77,9
Tablete 3	89,2	87,2	84,1	82,2
Tablete 4	92,3	89,2	88,4	88,4

A porcentagem de perfume remanescente para o tablete

comparativo e ambas camadas de tablete 3 foi determinada por análise de HPLC depois de 4 semanas de armazenamento. Os resultados são mostrados baixo:

	% Permanecendo
Tablete Comparativo B	55,3
Tablete 3 - Camada Fina	91,1
Tablete 3 - Camada Espessa	84,4
Tablete 3 - Global	86,2

Esses resultados também têm um erro do experimental de até  
5  $\pm 10\%$ .

### Exemplo 3

Os tabletes descritos acima foram usados para lavar tecidos de teste padrão e panos com padrões de manchas para averiguar sua performance de lavagem relativa. Os tabletes foram testados antes do armazenamento, e  
10 também depois sendo armazenados por oito semanas em embrulhos fechados a 37°C em 70 % de umidade relativa.

O teste envolve lavar os tecidos de teste e manchas de teste de tolerância de panos sob condições padrões (usando um programa de 60°C de uma máquina de lavagem European Miele, com uma dureza de água de 27°FH).

15 Performance de lavagem é estimada determinando-se o aumento na refletância do material lavado a 460 nm acima da refletância do material anterior à lavagem. Um aumento na refletância corresponde a um pano/tecido limpador.

20 Antes do armazenamento dos tabletes, para todos os tecidos de teste e manchas de teste testadas, os tabletes da invenção não mostraram diferença estatisticamente significante (Nível de Confiança de 95 %) na performance em cada tecido ou mancha comparado aos tabletes de camada única comparativo (tabletes 1 e 2 vs. tablete comparativo A; e tabletes 3 e 4 vs. tablete comparativo B).

25 Entretanto, depois de armazenamento, os tabletes da invenção mostraram performance estatisticamente significativamente melhor contra

certos tecidos e manchas que os tabletes comparativos relevantes, enquanto contra os tecidos e manchas remanescentes testados, novamente estatisticamente nenhuma mudança significativa foi observada entre os tabletes da invenção e os tabletes comparativos relevantes.

5 Mais especificamente, ambos tabletes 1 e 2 mostraram um aumento estatisticamente significativo (Nível de Confiança de 95 %) em performance, como comparados contra o tablete comparativo A, para os tecidos de teste AS-10, EMPA-114 e BC1 e contra as seguintes manchas padrão, cereja, passa preta, e morango. Esses tecidos e manchas de teste são  
10 conhecidos ser sensíveis a alvejante ou enzima. Para todo os outros tecidos e manchas testados, houve um aumento na performance dos tabletes 1 e 2 sobre o tablete comparativo A, embora esses resultados não alcancem significância estatística em um nível de confiança de 95 %.

15 Tabletes 3 e 4 somente mostraram um aumento estatisticamente significativo (Nível De Confiança de 95 %) na performance, como comparados contra o tablete comparativo B, para os tecidos de teste AS-10 e EMPA-114.

## REIVINDICAÇÕES

1. Tablete de detergente de composição particulada comprimida, caracterizado pelo fato de compreender um composto ativo de detergente, um reforçador de detergente, um sistema alvejante compreendendo percarbonato de sódio na forma de partículas tendo um revestimento de material solúvel em água e pelo menos um ativador alvejante, e opcionalmente outros ingredientes de detergente, onde tablete compreende uma pluralidade de regiões distintas, cada qual é pelo menos 10% do peso total do tablete, e em que o ativador alvejante e as partículas contendo percarbonato de sódio dentro de um revestimento solúvel em água são concentrados em respectivas regiões diferentes do tablete e onde uma ou mais regiões do tablete contém pelo menos 80% do percarbonato de sódio presente no tablete mas não mais que 20% do ativador alvejante presente no tablete enquanto uma ou mais outras regiões do tablete contém pelo menos 80% do ativador alvejante presente no tablete mas não mais que 20% do percarbonato de sódio presente no tablete.

2. Tablete, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de uma ou mais regiões conterem pelo menos 90% do percarbonato de sódio presente no tablete mas não mais que 10% do ativador alvejante presente no tablete enquanto uma ou mais outras regiões do tablete contém pelo menos 90% do ativador alvejante presente no tablete mas não mais que 10% do percarbonato de sódio presente no tablete.

3. Tablete, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 2, caracterizado pelo fato de o ativador alvejante ser selecionado de ativador alvejante de amina N-diacilada e N,N'-poliacilada.

4. Tablete de detergente de composição particulada comprimida, caracterizado pelo fato de compreender um composto ativo de detergente, um reforçador de detergente, um sistema alvejante compreendendo percarbonato de sódio na forma de partículas tendo um revestimento de material solúvel em água, pelo menos uma enzima, e opcionalmente outros ingredientes de detergente,

onde tablete compreende uma pluralidade de regiões distintas, cada qual é pelo menos 10% do peso total do tablete, e em que uma enzima e as partículas contendo percarbonato de sódio dentro de um revestimento solúvel em água são concentrados em respectivas regiões diferentes do tablete e onde uma ou mais regiões do tablete contém pelo menos 80% do percarbonato de sódio presente no tablete mas não mais que 20% da referida enzima presente no tablete enquanto uma ou mais outras regiões do tablete contém pelo menos 80% da referida enzima presente no tablete mas não mais que 20% do percarbonato de sódio presente no tablete.

10                   5. Tablete, de acordo com a reivindicação 4, caracterizado pelo fato de uma ou mais regiões conterem pelo menos 90% do percarbonato de sódio presente no tablete mas não mais que 10% da referida enzima presente no tablete enquanto uma ou mais outras regiões do tablete contém pelo menos 90% da referida enzima presente no tablete mas não mais que 10% do percarbonato de sódio presente no tablete.

15                   6. Tablete, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 3, caracterizado pelo fato de que adicionalmente compreende pelo menos uma enzima em que as enzimas e ativadores alvejantes são concentrados na mesma região do tablete, que é uma região diferente daquela em que as partículas contendo o percarbonato de sódio dentro de um revestimento solúvel em água são concentradas.

20                   7. Tablete, de acordo com a reivindicação 6, caracterizado pelo fato de que a(s) referida(s) região(ões) que contém(êm) pelo menos 80% do percarbonato de sódio presente no tablete não contém mais que 20% da referida enzima presente no tablete.

25                   8. Tablete, de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 7 caracterizado pelo fato da quantidade de detergente ativo ser de 5 a 40% em peso do tablete inteiro e o reforçador de detergente compreenderem aluminossilicato de metal alcalino em uma quantidade de 5 a 80% em peso do tablete inteiro.

30

**RESUMO****“TABLETE DE DETERGENTE DE COMPOSIÇÃO PARTICULADA  
COMPRIMIDA”**

5 Um tablete de detergente para lavagem de tecido é compactado de uma composição particulada contendo composto ativo de detergente, um reforçador de detergente, um sistema alvejante compreendendo percarbonato de sódio revestido e pelo menos um ativador alvejante, e opcionalmente outros ingredientes de detergente, onde o tablete compreende uma pluralidade de  
10 regiões distintas, e em que o ativador alvejante e o percarbonato de sódio revestido são concentrados nas respectivas regiões diferentes do tablete e onde uma ou mais regiões do tablete contém pelo menos 80% do percarbonato de sódio presente no tablete mas não mais que 20% do ativador alvejante presente no tablete enquanto uma ou mais outras regiões do tablete contém pelo menos  
15 80% do ativador alvejante presente no tablete mas não mais que 20% do percarbonato de sódio presente no tablete. Esta separação do ativador e percarbonato aumenta a estabilidade do ativador alvejante.