



* B R P I 0 8 0 6 5 0 3 B 1 *

República Federativa do Brasil

Ministério do Desenvolvimento, Indústria,
Comércio e Serviços

Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) PI 0806503-9 B1

(22) Data do Depósito: 11/01/2008

(45) Data de Concessão: 26/09/2023

(54) Título: MÉTODO DE SECAGEM POR PULVERIZAÇÃO DE UMA COMPOSIÇÃO AQUOSA E COMPOSIÇÃO DETERGENTE

(51) Int.Cl.: C11D 3/386; C12N 9/98.

(30) Prioridade Unionista: 12/01/2007 US 60/884,860.

(73) Titular(es): DANISCO US INC., GENENCOR DIVISION.

(72) Inventor(es): HERBERT B. SCHER; DEBORAH S. WINETZKY.

(86) Pedido PCT: PCT US2008000418 de 11/01/2008

(87) Publicação PCT: WO 2008/088751 de 24/07/2008

(85) Data do Início da Fase Nacional: 10/07/2009

(57) Resumo: PROCESSO APERFEIÇOAMENTO DE SECAGEM POR PULVERIZAÇÃO. A presente invenção refere-se em geral a composições de partículas e a métodos para produzir as composições. A invenção refere-se especificamente a métodos de secagem por pulverização que reduzem substancialmente a produção de partículas pequenas que são uma preocupação na higiene industrial para trabalhadores de indústrias e para os consumidores dos produtos. A composição é formada usando-se um dispositivo de secagem por pulverização. Ela inclui de 0,001 a 0,10% em peso de um polímero que é selecionado de um grupo que consiste em um polímero com base em celulose, uma goma e um polímero sintético. Inclui ainda pelo menos um polipeptídeo, que está presente na composição aquosa em uma concentração maior que 0,01% em peso.

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para "**MÉTODO DE SECAGEM POR PULVERIZAÇÃO DE UMA COMPOSIÇÃO AQUOSA E COMPOSIÇÃO DETERGENTE**".

REFERÊNCIAS CRUZADAS A PEDIDOS RELACIONADOS

5 Este pedido reivindica o benefício do Pedido Provisório US 60/884.860, depositado em 12 de janeiro de 2007, o qual é aqui incorporado, na íntegra, a título de referência.

CAMPO DA INVENÇÃO

10 A presente invenção refere-se, em geral, a composições de partículas e métodos para a produção destas composições. Especificamente, a invenção refere-se a métodos aperfeiçoados para secagem por pulverização, que reduzem substancialmente a produção de partículas pequenas, que impõem desafios de higiene industrial para trabalhadores das fábricas e consumidores do produto.

15 ANTECEDENTES DA INVENÇÃO

Polipeptídeos, tais como proteínas farmacologicamente importantes e enzimas industrialmente importantes, são amplamente utilizados. Polipeptídeos e proteínas podem ser incluídos em composições de produto tais como fármacos e produtos de cuidado pessoal. Enzimas, por exemplo, são incluídas em composições de produtos por diversas indústrias, como a indústria de amido, a indústria de panificação, a indústria de laticínios, a indústria têxtil, a indústria alimentícia e a indústria de detergentes. É bem conhecido nessas indústrias que o uso de enzimas criou questões de higiene ambiental devido à produção de partículas de enzimas inspiráveis (isto é, $\leq 100 \mu\text{m}$).

25 Desde a introdução de polipeptídeos comercialmente importantes em várias indústrias, houve muitos desenvolvimentos em relação à produção de partículas contendo polipeptídeos.

A Patente US 5.423.997 discute uma composição detergente para lava-louças automáticas, em pó, ultraconcentrada, sem fosfato, e seca-
30 da por pulverização, que contém uma mistura de enzimas de protease e enzimas de amilase.

A patente US 6.146.879 refere-se a um método para a secagem

por pulverização de micro-organismos inteiros de *Fusarium lateritium*, *Methylophilus methylotrophus* e *Pseudomonas putida*. Temperaturas de entrada do secador por pulverização de 140°C a 250°C são relatadas para alimentação aquosa contendo os micro-organismos (por exemplo, enzimas não-purificadas). O processo é conduzido de tal forma que as alimentações são sujeitas a temperaturas elevadas por um período na faixa de 15 a 45 segundos.

A Patente US 6.544.763 refere-se a grânulos de enzimas que possuem um tamanho médio de partícula de 150 a 500 µm e uma densidade volumétrica de 500 a 1.000 g/L. Os grânulos são preparados através de secagem por pulverização de uma pasta fluida que contém: 1) uma substância insolúvel em água e/ou uma substância levemente solúvel em água presente em 45% em peso ou mais; 2) um aglutinante solúvel em água; e 3) uma enzima. Os exemplos listados do componente "1" incluem pó de celulose, zeólitos, talco, argila, alumina, caulim, titânia, carbonato de cálcio e sulfato de bário.

A Patente US 6.924.133 ensina um processo para a preparação de uma partícula contendo enzimas. O processo envolve secagem por pulverização de um líquido contendo uma enzima e biomassa. Tipicamente, o líquido é um caldo de fermentação ou um caldo de fermentação processado. Aditivos como sais, materiais inorgânicos, carboidratos, pigmentos corantes, celulose, biocidas e dispersantes podem ser adicionados ao material líquido antes da secagem por pulverização.

Composições de enzimas líquidas obtidas antes ou após processos de recuperação podem conter materiais heterogêneos que possuem diversos pesos moleculares incluindo, mas sem limitação, materiais com pesos moleculares abaixo de cerca de 250.000 Dáltons. Por exemplo, algumas composições de enzimas líquidas podem conter algumas combinações heterogêneas que podem incluir fragmentos de DNA ou soja ou amidos brutos utilizados em processos de fermentação. Tais materiais heterogêneos podem ser removidos utilizando-se técnicas convencionais de recuperação de enzimas. Mostrou-se que materiais heterogêneos remanescentes em solu-

ções enzimáticas não reduzem substancialmente a produção de partículas pequenas em processos de secagem por pulverização.

BREVE SUMÁRIO DA INVENÇÃO

5 A presente invenção refere-se, em geral, a composições de partículas e métodos para a produção destas composições. Especificamente, a invenção refere-se a métodos aperfeiçoados para secagem por pulverização, que reduzem substancialmente a produção de partículas pequenas, as quais impõem desafios de higiene industrial a trabalhadores de fábricas e consumidores do produto.

10 Em um aspecto da composição, a presente invenção fornece uma composição aquosa atomizada. A composição é formada utilizando-se um dispositivo de secagem por pulverização. Ela inclui de 0,001 a 0,1% em peso de um polímero flexível, solúvel em água e de alto peso molecular (p.m.), que é selecionado do grupo que consiste em um polímero baseado em celulose, uma goma e um polímero sintético. A composição também inclui pelo menos um polipeptídeo, o qual está presente na composição aquosa em uma concentração maior que 0,01% em peso.

Em certos casos, o polímero baseado em celulose é carboximetilcelulose, que possui um peso molecular na faixa de 300.000 a 500.000.

20 Em certos casos, pelo menos um polipeptídeo é uma enzima. A enzima pode ser qualquer uma adequada que inclui uma oxidoreductase, uma transferase, uma hidrolase, uma liase, uma isomerase e uma ligase.

Em um outro aspecto de composição, a presente invenção fornece uma partícula. A partícula é um produto de um procedimento de secagem por pulverização. Ela inclui de 0,002% em peso a 1,0% em peso, 0,002% em peso a 0,9% em peso, 0,002 a 0,8% em peso, 0,002 a 0,7% em peso, 0,002 a 0,6% em peso, e 0,002 a 0,5% em peso de um polímero flexível, solúvel em água e de alto peso molecular, que é selecionado do grupo que consiste em um polímero baseado em celulose, uma goma e um polímero sintético. Porcentagens em peso particulares são 0,005% em peso a 0,8% em peso, 0,01% em peso a 0,50% em peso ou 0,025% em peso a 0,25% em peso. Ela também inclui pelo menos um polipeptídeo, o qual está presente

25

30

na composição aquosa em uma concentração maior que 0,5% em peso.

Em certos casos, o polímero é um polímero baseado em celulose que possui um peso molecular na faixa de 300.000 a 500.000.

5 Em certos casos, o polímero é carboximetilcelulose incluído em uma concentração variando de 0,01% em peso a 0,25% em peso.

Em certos casos, o polipeptídeo é uma enzima selecionada do grupo que consiste em oxidorreductases, transferases, hidrolases, liases, isomerases e ligases. A enzima está tipicamente presente em uma concentração maior que 1,0% em peso.

10 Em um aspecto do método, a presente invenção fornece um método para aumentar o rendimento de um processo de secagem por pulverização. O processo fornece uma partícula que inclui um polipeptídeo em uma concentração maior que 0,5% em peso. O método inclui as seguintes etapas: a) alimentar uma composição aquosa em um dispositivo de secagem por pulverização, em que a composição aquosa compreende de 0,001 a 15 0,10% em peso de um polímero flexível, solúvel em água e de alto peso molecular e pelo menos um polipeptídeo, em que o polímero é selecionado do grupo que consiste em um polímero baseado em celulose, uma goma e um polímero sintético e, em que pelo menos um polipeptídeo está presente na 20 composição aquosa em uma concentração maior que 0,01% em peso; e b) secar por pulverização a composição. O rendimento da partícula é aumentado em pelo menos 5% em relação ao mesmo processo em que o polímero não é incluído na composição aquosa.

25 Em certos casos, o processo compreende contatar a composição aquosa com a entrada de um dispositivo para secagem por pulverização que possui uma temperatura de entrada na faixa de 140°C a 200°C.

Em certos casos, o processo envolve contatar a composição aquosa com um bocal em um dispositivo de secagem por pulverização, em que a temperatura de saída do dispositivo está na faixa de 50°C a 150°C.

30 Em outro aspecto do método, a presente invenção fornece um método para a fabricação de uma partícula. A partícula inclui um polipeptídeo em uma concentração maior que 0,5% em peso. O método inclui as seguin-

tes etapas: a) alimentar uma composição aquosa em um dispositivo de secagem por pulverização, em que a composição aquosa compreende de 0,001 a 0,10% em peso, preferivelmente de 0,001 a 0,8%, 0,001 a 0,05% ou 0,001 a 0,03% de um polímero flexível, solúvel em água e de alto peso molecular e pelo menos um polipeptídeo, em que o polímero é selecionado do grupo que consiste em um polímero baseado em celulose, uma goma e um polímero sintético e, em que pelo menos um polipeptídeo está presente na composição aquosa em uma concentração maior que 0,01% em peso; e b) secar por pulverização a composição para se obter as partículas; e c) coletar as partículas para processamento adicional. O dispositivo de secagem por pulverização típica inclui um filtro à jusante ou uma bolsa de filtro que retém as partículas finas. A frequência com a qual o filtro à jusante ou a bolsa de filtro é limpa, é reduzida em pelo menos 10% quando comparada ao mesmo processo em que a composição aquosa não compreende um polímero.

Em certos casos, o processo envolve contatar a composição aquosa com um bocal em um dispositivo de secagem por pulverização, em que a temperatura de saída do dispositivo está na faixa de 50°C a 150°C.

Em certos casos, o polipeptídeo é uma enzima selecionada do grupo que consiste em oxidorreductases, transferases, hidrolases, liases, isomerases e ligases.

Em certos casos, o polímero baseado em celulose é e possui um peso molecular na faixa de 300.000 a 500.000.

Em certos casos, a frequência com a qual a bolsa de filtro é limpa, é reduzida em pelo menos 20% quando comparada ao mesmo processo em que a composição aquosa não inclui um polímero.

Em outro aspecto do método, a presente invenção fornece um método de secagem por pulverização de uma composição aquosa que contém um polipeptídeo. O método inclui as seguintes etapas: a) alimentar uma composição aquosa em um dispositivo de secagem por pulverização, em que a composição compreende de 0,001 a 0,10% em peso, preferivelmente de 0,001 a 0,8%, 0,001 a 0,05% ou 0,001 a 0,03% de um polímero que possui um peso molecular na faixa de 300.000 Dáltons a 4.000.000 Dáltons,

preferivelmente de 300.000 Dáltons a 2.000.000 Dáltons e pelo menos um polipeptídeo, e em que o pelo menos um polipeptídeo está presente na composição aquosa em uma concentração maior que 0,01% em peso; e b) secar por pulverização a composição aquosa.

5 Em certos casos, o polímero é carboximetilcelulose.

Em certos casos, o processo envolve contatar a composição aquosa com um bocal em um dispositivo de secagem por pulverização, em que a temperatura de saída do dispositivo está na faixa de 50°C a 150°C.

10 Em certos casos, o polipeptídeo é uma enzima selecionada do grupo que consiste em oxidorreductases, transferases, hidrolases, liases, isomerasas e ligases.

Em outro aspecto da composição, a presente invenção fornece uma partícula para ser incluída em composições detergentes (vide o exemplo cosmético abaixo). A partícula é produzida através de um processo de secagem por pulverização. O processo inclui as seguintes etapas: a) alimentar uma composição aquosa em um dispositivo de secagem por pulverização, em que a composição aquosa compreende de 0,001 a 0,10% em peso, preferivelmente de 0,001 a 0,8%, 0,001 a 0,05% ou 0,001 a 0,03% de um polímero com base em não-peptídeo que possui um peso molecular na faixa de 300.000 Dáltons a 4.000.000 Dáltons, preferivelmente de 300.000 Dáltons a 2.000.000 Dáltons e pelo menos um polipeptídeo, e em que o pelo menos um polipeptídeo está presente na composição aquosa em uma concentração maior que 0,01% em peso; e b) secar por pulverização a composição aquosa.

25 Em outro aspecto da composição, a presente invenção fornece uma partícula para ser incluída em suplementos nutricionais. A partícula para o suplemento nutricional é produzida através de um processo de secagem por pulverização. O processo inclui as seguintes etapas: a) alimentar uma composição aquosa em um dispositivo de secagem por pulverização, em que a composição compreende de 0,001 a 0,10% em peso, preferivelmente de 0,001 a 0,8%, 0,001 a 0,05% ou 0,001 a 0,03% de um polímero com base em não-peptídeo que possui um peso molecular na faixa de 300.000 Dáltons

30

a 4.000.000 Dáltons, preferivelmente de 300.000 Dáltons a 2.000.000 Dáltons e pelo menos um polipeptídeo, e em que o pelo menos um polipeptídeo está presente na composição aquosa em uma concentração maior que 0,01% em peso; e b) secar por pulverização a composição aquosa.

5 Em outro aspecto da composição, a presente invenção fornece uma partícula para ser incluída em uma composição cosmética. A partícula é produzida através de um processo de secagem por pulverização. O processo inclui as seguintes etapas: a) alimentar uma composição aquosa em um dispositivo de secagem por pulverização, em que a composição compreende
10 de 0,001 a 0,10%, preferivelmente de 0,001 a 0,8%, 0,001 a 0,05% ou 0,001 a 0,03% em peso de um polímero com base em não-peptídeo que possui um peso molecular na faixa de 300.000 Dáltons a 4.000.000 Dáltons, preferivelmente de 300.000 Dáltons a 2.000.000 Dáltons e pelo menos um polipeptídeo, e em que o pelo menos um polipeptídeo está presente na composição
15 aquosa em uma concentração maior que 0,01% em peso; e b) secar por pulverização a composição aquosa.

 Em outro aspecto da composição, a presente invenção fornece uma composição que contém um fármaco baseado em peptídeos. O componente do fármaco baseado em peptídeos da composição é produzido através de um processo de secagem por pulverização. O processo inclui as seguintes etapas: a) alimentar uma composição aquosa em um dispositivo de secagem por pulverização, em que a composição compreende de 0,001 a 0,10% , preferivelmente de 0,001 a 0,8%, 0,001 a 0,05% ou 0,001 a 0,03% em peso de um polímero com base em não-peptídeo, que possui um peso
20 molecular na faixa de 300.000 Dáltons a 4.000.000 Dáltons, preferivelmente de 300.000 Dáltons a 2.000.000 Dáltons e pelo menos um fármaco baseado em peptídeos, e em que o pelo menos um fármaco baseado em peptídeos está presente na composição aquosa em uma concentração maior que
25 0,01% em peso; e b) secar por pulverização a composição aquosa.

30 BREVE DESCRIÇÃO DAS FIGURAS

 A figura 1 mostra o diagrama esquemático de um dispositivo de secagem por pulverização que possui os seguintes componentes: entrada

de ar (1); aquecedor (2); estabilizador de fluxo (3); ciclone (4); aspirador (5); sensor de temperatura (entrada de ar, 6); sensor de temperatura (saída de ar, 7); recipiente para coleta do produto acabado (8); bolsa de filtro (9); medidor de vácuo (10); receptor da câmara de pulverização (11) e bocal (12).

5 A figura 2 mostra os resultados da secagem por pulverização de enzima na presença de polímero de alto peso molecular, conforme descrito no exemplo 4.

DESCRIÇÃO DETALHADA

10 A não ser que definido de outra forma aqui, todos os termos técnicos e científicos utilizados aqui têm o mesmo significado que o comumente entendido por uma pessoa com conhecimento ordinário da técnica à qual pertence esta invenção. Diversas referências (vide, por exemplo, Singleton et al., Dictionary of Microbiology and Molecular Biology, 2ª ed, John Wiley and Sons, New York (1994); Hale e Marham, The Harper Collins Dictionary of Biology, Harper Perennial, NY (1991); e McCutcheons Functional Materials, vols 1 & 2, Mc Publishing Company, publicado anualmente) fornecem definições de muitos dos termos utilizados aqui. Ademais, todas as patentes e publicações incluindo todas as sequências descritas aqui dentro de tais patentes e publicações são expressamente incorporadas a título de referên-
15
20 cia.

O termo "Dv" significa uma medida do diâmetro da partícula ou gotícula. Dv10 representa um diâmetro de partícula abaixo do qual 10% do volume de pulverização do aerossol está contido. Dv50 representa o diâmetro médio de volume (vmd) tal que 50% do volume de pulverização está contido em gotículas maiores que vmd e 50% do volume de pulverização está
25 contido em gotículas menores que o vmd. Dv90 representa o diâmetro de partícula acima do qual 10% do volume de pulverização está contido.

O termo polímero "flexível", ao contrário de um polímero rígido, significa que o polímero flexível se esticará, deformar-se-á e será capaz de
30 construir uma viscosidade elongacional em uma solução, ao passo que um polímero rígido geralmente possui ligações covalentes que não permitem que este se estique, se deforme ou construa viscosidade elongacional em

uma solução.

O termo "polímero de alto peso molecular", como utilizado aqui, significa uma molécula orgânica solúvel em água que consiste em muitos segmentos que se repetem, chamados monômeros ou "meros", em que o peso molecular é de pelo menos mais do que cerca de 300.000 Dáltons e, preferivelmente, mais do que cerca de 400.000 Dáltons. O peso molecular de um polímero de alto peso molecular é medido pela utilização de métodos químicos e físicos bem conhecidos. Estes métodos incluem medição de propriedades coligativas, técnicas de difusão luminosa, análise GPC, ultracentrifugação e similares.

O termo "viscosidade" significa a razão entre os gradientes de tensão e velocidade e inclui duas formas: viscosidade de cisalhamento (η_s) e viscosidade elongacional (η_e). A viscosidade de cisalhamento representa a resistência de camadas adjacentes em um líquido deslizando umas sobre as outras e a viscosidade elongacional representa a resistência do fluido ao ser esticado ou contraído.

Embora não se pretenda estar limitado a qualquer teoria em particular, acredita-se que o mecanismo de ação dos polímeros de alto peso molecular é prevenir a formação de gotículas finas como resultado da atomização no processo de secagem por pulverização. Isto pode ser o resultado de um aumento em ou na viscosidade de cisalhamento ou na viscosidade elongacional ou em ambos, mas, em geral, a viscosidade elongacional tem maior efeito.

SECAGEM POR PULVERIZAÇÃO

A secagem de partículas de acordo com a presente invenção é realizada por um processo de secagem por pulverização. Em sua forma mais básica, o processo envolve o seguinte: transportar um líquido ou uma suspensão através de um dispositivo atomizador em uma câmara de secagem; misturar as gotículas do líquido ou suspensão atomizados com um fluxo de ar aquecido; evaporar os componentes voláteis das gotículas no fluxo de ar, deixando as partículas secas.

O transporte do líquido/suspensão é tipicamente realizado usan-

do uma bomba. A bomba move o material até uma entrada (1) de um dispositivo de secagem por pulverização (figura 1), que possui uma temperatura de entrada de ar associada (" T_1 "). O transporte do líquido/suspensão através de um atomizador (isto é, bocal, 12) fornece um aerossol que emerge da saída do atomizador. O bocal pode ser resfriado (por exemplo, água resfriada). O aerossol emergente é adicionalmente sujeito ao ar aquecido fluindo na mesma, em direção concorrente, ou na direção oposta, contracorrente, e é puxado através da câmara de secagem devido à gravidade e ao fluxo de ar. Partículas formadas pela evaporação dos componentes voláteis - tipicamente água- são coletadas na saída, ou podem ser separadas do fluxo de ar por um ciclone e coletadas em um recipiente. A temperatura do ar medida na saída do secador por pulverização ou entrando no ciclone é a temperatura de saída (" T_0 "). Matéria particulada fina frequentemente passa pelo recipiente de coleta e é retida na bolsa de filtro situada após o recipiente. No secador por pulverização de pequena escala utilizado nos experimentos descritos nas seções que se seguem, um medidor de vácuo que está situado entre a bolsa de filtro e uma bomba aspiradora que puxa o ar através do secador lê a pressão de vácuo no lado da bomba da bolsa de filtro. Um aumento no vácuo, por exemplo, de -3,5 Pa a -7 Pa (-35 mbar a -70 mbar), implica em um aumento na resistência ao longo da bolsa de filtro devido à acumulação de partículas finas.

Em, por exemplo, um secador por pulverização de bancada Buchi, T_1 tipicamente se situa na faixa de 140°C a 200°C. Frequentemente, T_1 se situa na faixa de 150°C a 190°C ou de 160°C a 180°C.

O atomizador pode ser de qualquer tipo adequado. Exemplos não-limitantes de atomizadores incluem atomizadores de disco rotativo de alta velocidade, atomizadores de bocal de pressão, atomizadores de bocal pneumático e atomizadores de bocal sônico.

A solução ou suspensão que é alimentada no dispositivo de secagem por pulverização compreende um líquido e um polímero. Tipicamente, o líquido é água; o polímero flexível, solúvel em água e de alto peso molecular é normalmente selecionado de um grupo de polímeros que consiste

em polímeros baseados em celulose, gomas e polímeros sintéticos. Exemplos de polímeros baseados em celulose incluem, sem limitação, hidroxipropilcelulose e carboximetilcelulose; exemplos de gomas incluem goma guar e goma de xantana; polímeros sintéticos incluem, sem limitação, poli(óxido de etileno), poliacrilamida e um copolímero de poliacrilamida e acrilato de sódio.

O peso molecular (isto é, p.m.) dos polímeros incluídos pode estar em qualquer faixa adequada. Tipicamente, a faixa do p.m. vai de 300.000 Dáltons a 4.000.000 Dáltons, preferivelmente de 300.000 Dáltons a 2.000.000 Dáltons. O polímero está tipicamente incluído no líquido ou suspensão em uma concentração na faixa de 0,001% em peso a 0,10, preferivelmente 0,001 a 0,08%, 0,001 a 0,05% ou 0,001 a 0,03% em peso.

A solução ou a suspensão alimentada em um dispositivo de secagem por pulverização também tipicamente compreende pelo menos um tipo de polipeptídeo. Os polipeptídeos incluídos na solução ou suspensão podem ser de diversos tipos, incluindo proteínas (por exemplo, proteínas e enzimas naturais), fragmentos de proteínas, variantes de proteínas e polipeptídeos sintéticos.

Quando uma enzima é incluída, esta pode ser qualquer enzima ou combinação de diferentes enzimas que pode ser obtida por fermentação, tecnologias recombinantes ou síntese em laboratório. Uma enzima pode ser natural ou uma variante de uma enzima natural. Exemplos de variantes de enzimas são descritos nos seguintes documentos, por exemplo: EP 251.446 (Genencor), WO 91/00345 (Novo Nordisk), EP 525.610 (Solvay) e WO 94/02618 (Gist-Brocades NV).

Exemplos não-limitantes de enzimas usadas em aspectos da presente invenção incluem: oxidoreductases (por exemplo, peroxidases tais como haloperoxidase e lacases, e glicose oxidases); transferases (por exemplo, transferases que transferem grupos de um carbono transferases que transferem resíduos de aldeídos ou cetonas, aciltransferases, glicosiltransferases, transferases que transferem grupos arila ou grupos alquila que não metila, e transferases que transferem grupos de nitrogênio); hidrolases (por exemplo, éster carboxílico hidrolases tais como as lipases, fitases tais

como as 3-fitases e 6-fitases, glicosidasas que estão incluídas nas carboi-
drases tais quais alfa-amilases, peptidasas/proteases, e outras carbonil hi-
drolases); liases; isomerases; e, ligases.

Outros exemplos de enzimas específicas são: transglutamase,
5 incluindo as transglutamasas descritas em WO 96/06931 da Novo Nordisk
A/S (transferases); α -amilases, β -amilases (3.2.1.2), glicano 1,4- α -
glicosidasas (3.2.1.3), celulases (3.2.1.4), endo-1,3(4)-[β]-glicanasas, endo-
1,4- β -xilanasas, dextranasas, chitinasas, poligalacturonases, lisozymas, β -
glicosidasas, α -galactosidasas, β -galactosidasas, amilo-1,6-glicosidasas, xi-
10 lan-1,4- β -xilosidasas, glicano endo-1,3- β -D-glicosidasas, α -dextrina endo-1,6-
 α -glicosidasas, sacarose β -glicosidasas, glicano endo-1,3- α -glicosidasas,
glicano 1,4- β -glicosidasas, glicano endo-1,6- β -glicosidasas, arabinano endo-
1,5- α -L-arabinosidasas, lactases, quitosanases, e xilose isomerases (carboi-
drases); Gluzyme[®] (oxidorreductase da Novo Nordisk A/S); Kannase[®], Ever-
15 lase[®], Esperase[®], Alcalase[®], Neutrase[®], Durazym[®], Savinase[®], Pyrase[®],
Pancreatic Trypsin NOVO (PTN), Bio-Feed[®] Pro and Clear-Lens[®] Pro (pro-
teases/peptidasas da Novo Nordisk A/S, Bagsvaerd, Dinamarca); Maxata-
se[®], Maxacal[®], Maxapem[®], Opticlean[®] e Purafect[®] (proteases da Genencor
International Inc. ou Gist-Brocades); Lipoprime[®], Lipolase[®], Lipolase[®] Ultra,
20 Lipozyme[®], Palatase[®], Novozym[®] 435 e Lecitase[®] (lipases da Novo Nordisk
A/S); Lumafast[®] (*Pseudomonas mendocina* lipase da Genencor International
Inc.); Lipomax[®] (pseudoalcaligenes lipase da Gist-Brocades/Genencor Int.
Inc.); e Bacillus sp. (lipase da Solvay enzymes); α -Gal[®], Bio-Feed[®] α , Bio-
Feed[®] β , Bio-Feed[®] Plus, Novozyme[®] 188, Celluclast[®], Cellusoft[®], Ceremyl[®],
25 Citrozym[®], Denimax[®], Dezymer[®], Dextrozyme[®], 5 Finizym[®], Fungamyl[®],
Gamanase[®], Glucanex[®], Lactozym[®], Maltogenase[®], Pentopan[®], Pectinex[®],
Promozyme[®], Pulpzyme[®], Novamyl[®], Termamyl[®], AMG[®] (Amiloglicosidase
Novo), Maltogenase[®], Sweetzyme[®] e Aquazym[®] (carboidrases da Novo Nor-
disk AJS).

30 Um líquido ou suspensão contendo enzima usado na presente
invenção pode ser, por exemplo, um caldo de fermentação ou um caldo de
fermentação processado.

Um caldo de fermentação inclui células microbiais e/ou fragmentos de células relacionadas (isto é, biomassa). Alguma ou a maior parte da biomassa pode ser removida do caldo de fermentação para modificar as propriedades do caldo para secagem por pulverização. Tipicamente, de pelo menos 10% em peso a 20% em peso da biomassa são removidos do caldo antes da secagem por pulverização. Frequentemente, pelo menos 30%, 40%, 50% ou 60% da biomassa são removidos e, em certos casos, pelo menos 70%, 80%, 90% ou 95% da biomassa são removidos.

A biomassa pode ser removida do caldo de fermentação utilizando-se diversas técnicas. Tais técnicas incluem filtração, centrifugação, floculação e combinações das mesmas.

Tipicamente, o caldo de fermentação inclui entre 0 e 35% em peso/peso de matéria seca. Frequentemente, o caldo inclui entre 0 e 20% em peso/peso de matéria seca ou entre 0 e 15% em peso/peso de matéria seca. Em certos casos, o caldo de fermentação inclui entre 5 e 15% em peso/peso de matéria seca. Até 90% em peso/peso da matéria seca é biomassa. Frequentemente, até 75%, 50% ou 25% em peso/peso da matéria seca é biomassa. Em certos casos, até 10% em peso/peso da matéria seca é biomassa.

O caldo de fermentação pode ser desenlameado pela remoção de partículas ou corpos grosseiros. Tais partículas/corpos incluem palha, cascalhos e areia da soja e outros insolúveis que não são da biomassa, que tipicamente se originam de nutrientes adicionados ao caldo durante a fermentação. A remoção é tipicamente realizada por um dos seguintes métodos: tensionamento, filtração, sedimentação, centrifugação e/ou decantação do caldo.

Quando a solução ou suspensão que contém uma enzima é usada na presente invenção, o meio líquido é tipicamente água. Por exemplo, o material que contém a enzima pode ser um concentrado de enzimas obtido a partir de processamento do filtrado de fermentação. Métodos de processamento usados para concentrar o caldo de fermentação incluem, sem limitação: ultrafiltração para reduzir o teor de água e de componentes pouco

moleculares; extração da enzima do filtrado de fermentação em um segundo líquido; cristalização ou precipitação da enzima seguida por re-suspensão e, purificação através de cromatografia de coluna podem ser usados, por exemplo, por bombeamento do filtrado de fermentação por uma coluna que compreende uma resina.

5
10
15
20

Materiais podem ser adicionados a um líquido que contém enzimas para aperfeiçoar as propriedades dos produtos secados por pulverização obtidos dos líquidos. Exemplos não-limitativos de tais aditivos incluem: sais (por exemplo, sais alcalinos, sais de metais-terrosos, sais de cloretos, sais de sulfatos, sais de nitratos, sais de carbonatos, em que contra-íons típicos são cálcio, potássio e sódio), argilas ou minerais inorgânicos (por exemplo, zeólitos, caulim, bentonita, talcos e/ou silicatos), carboidratos (por exemplo, sacarose e/ou amido), pigmentos corantes (por exemplo, dióxido de titânio), biocidas (por exemplo, Rodalon, Proxel), dispersantes, agentes antiespumantes, agentes ácidos, agentes alcalinos, estabilizadores de enzimas (por exemplo, metionina ou tiosulfato), inibidores de enzimas (por exemplo, inibidores de protease de ácido bórico), aglutinantes, outras enzimas e combinações dos mesmos. Aditivos poliméricos são tipicamente ou materiais de baixo peso molecular (<250.000 Dáltons) ou são adicionados com pasta fluidas onde o aditivo não está em solução.

O líquido que contém enzimas pode também ser submetido a tratamentos físicos antes da secagem por pulverização. Tais tratamentos físicos incluem, sem limitação, aquecer e/ou resfriar e/ou irradiar o líquido, misturar o líquido, aerar o líquido e tratar por ultrassom o líquido.

25
30

Os líquidos que contêm enzimas usados na presente invenção tipicamente incluem pelo menos 1 mg de enzima "ativa", por exemplo proteína cataliticamente ativa de interesse, por litro de líquido. Frequentemente, os líquidos incluem pelo menos 3 mg, 5 mg ou 10 mg de enzima ativa por litro de líquido; em certos casos, os líquidos incluem pelo menos 20 mg, 50 mg, 75 mg ou 80 mg por litro de líquido.

Pela inclusão de um polímero flexível, solúvel em água e de alto peso molecular na solução ou suspensão a ser alimentada a um dispositivo

de secagem por pulverização, o rendimento das partículas pós-secagem por pulverização é aumentado quando comparado com a solução ou suspensão que não contém o polímero. Tipicamente, o rendimento é aumentado em pelo menos 2,5% em comparação ao processo em que o polímero não é
5 incluído. Frequentemente, o rendimento é aumentado em pelo menos 5,0 ou 7,5%. Em certos casos, o rendimento é aumentado pelo menos 10,0 ou 15,0%.

Aumentos no rendimento não dependem da escala do dispositivo de secagem por pulverização. Por exemplo, o secador por pulverização de bancada Buchi tipicamente coleta pelo menos uma massa de 1 g de partículas. Frequentemente, a coleção terá uma massa de pelo menos 100 g, pelo menos 1 kg, pelo menos 10 kg, pelo menos 30 kg, pelo menos 50 kg ou mais.

A porcentagem em peso do polímero flexível, solúvel em água e de alto peso molecular nas partículas varia entre 0,002% em peso e 1,0% em peso. Frequentemente, a porcentagem em peso varia de 0,005% em peso a 0,8% em peso, 0,01% em peso a 0,50% em peso ou 0,025% em peso a 0,25% em peso.

Pelo controle da faixa de tamanho das coleções de partículas, a presente invenção simplifica o processo de produção para composições de secagem por pulverização. Por exemplo, durante a fabricação da secagem por pulverização típica, o filtro a jusante ou bolsa de filtro do dispositivo de secagem por pulverização deve ser esvaziado diversas vezes, já que ele entope com matéria particulada fina. Como menos partículas finas são feitas
20 durante o processo da presente invenção, o filtro a jusante ou bolsa de filtro de um dispositivo de secagem por pulverização não precisa ser esvaziado na mesma taxa durante os processos típicos de fabricação de secagem por pulverização típica. A taxa diminuída de esvaziamento também reduz os problemas de higiene industrial e o tempo de fabricação.

30 Tipicamente, o filtro a jusante ou bolsa de filtro precisam ser esvaziados pelo menos 5% menos que durante um processo típico. Frequentemente devem ser esvaziados pelo menos 10% ou 15% menos que durante

um processo típico. Em certos casos, devem ser esvaziados pelo menos 20% ou 25% menos que durante um processo típico.

Pós-processamento de Partículas de Secagem por Pulverização

5 As partículas secadas por pulverização de acordo com a presente invenção podem ser adicionalmente processadas utilizando diversos métodos. Exemplos não-limitantes de tais métodos incluem granulação em misturador, *prilling*, extrusão, processos em leito fluidizado, revestimento e moer/triturar e monitorar.

10 Granulação em misturador envolve misturar partículas secadas por pulverização com água e um componente adicional. Componentes adicionais são tipicamente aglutinantes, fibras, sais, minerais insolúveis em água, pigmentos, estabilizadores de enzimas ou combinações dos mesmos. Água é adicionada em quantidades suficientes para aglomerar os componentes sólidos em grânulos de tamanho médio adequado. A água é em seguida removida utilizando-se um método de secagem adequado.

15 Os aglutinantes utilizados em um processo de granulação em misturador para partículas da presente invenção são poliméricos por natureza. Exemplos de aglutinantes incluem polivinil pirrolidona, derivados de dextrina e celulose (por exemplo, hidroxipropilcelulose, metilcelulose ou carboximetilcelulose). Glucidex 21 D da Roquette Freres, França, é frequentemente um aglutinante adequado.

25 As fibras utilizadas em um processo de granulação em misturador incluem celulose fibrosa pura e/ou impura, tal qual serragem, celulose fibrosa pura e algodão. Auxiliares de filtro baseados em celulose fibrosa também podem ser usados. Exemplos de celulose fibrosa comercialmente disponível incluem Cepo[®] e Arbocell[®]. Fibras sintéticas conforme discutidas em EP 304331 B1 podem ser utilizadas, incluindo-se fibras feitas de compostos de polietileno, polipropileno, poliéster, especialmente náilon, poli(formiato de vinila) e poli(met)acrílico.

30 Sais usados em um processo de granulação em misturador incluem sais solúveis e/ou insolúveis em água, como sais alcalinos e/ou alcalino-terrosos de sulfato, cloreto, carbonato e fosfato.

Minerais insolúveis em água usados em um processo de granulação em misturador incluem zeólitos, argilas tais como caulim e bentonita, talcos e/ou silicatos.

5 Pigmentos utilizados em um processo de granulação em misturador incluem o dióxido de titânio.

Estabilizadores de enzimas usados em um processo de granulação em misturador incluem materiais alcalinos ou neutros (por exemplo, carbonatos, bicarbonatos ou silicatos de metais), agentes redutores (por exemplo, sulfetos, tiosulfeto ou tiosulfato), antioxidantes (por exemplo, metionina, hidroxitolueno butilado ou hidroxianisol butilado) e/ou sais de íons de metal da primeira série de transição. Esses agentes podem ser utilizados em combinação com outros agentes protetores dos mesmos ou de diferentes categorias.

10

Diversos processos de granulação em misturador são conhecidos na técnica, incluindo aqueles discutidos nos seguintes documentos: Patente US 4.106.991; EP 170360 B1; EP 304332 B1; EP 304331; WO 90/09440; e, WO 90/09428.

15

Prilling envolve suspender as partículas secas em cera em fusão seguida por resfriamento por pulverização da suspensão. O processo é discutido por Michael S. Showell (editor); em Powdered detergents; Surfactant Science Series; 1998; vol. 71, pp. 140-142, Marcel Dekker e DK-PA 1999. Uma cera utilizada no processo de *prilling* tem um ponto de fusão entre 25 e 125°C é tipicamente um composto orgânico ou um sal de um composto orgânico. Frequentemente, a cera é solúvel em água ou se dispersa em água em uma solução neutra ou alcalina. Exemplos de ceras solúveis em água são, sem limitação, os polietileno glicóis (por exemplo, PEG 1000).

20

25

A extrusão envolve adicionar umidade às partículas, ou sozinhas ou misturadas em um aditivo conforme descrito para a granulação em misturador, para fornecer uma pasta. A pasta é prensada em pastilhas ou é extrudada sob pressão por uma pequena abertura; é então cortada em partículas, as quais são secadas. Processos de extrusão são discutidos por Michael S. Showell (editor); Powdered detergents; Surfactant Science Series; 1998; vol.

30

71, pp. 140-142, Marcel Dekker e na Patente US Nº 4.661.452.

Processos em leito fluidizado envolvem fluidizar as partículas secadas por pulverização em um leito fluido. Uma solução contendo um aglutinante é atomizada e contatada com as partículas fluidizadas. Isso faz
5 com que as partículas se juntem, formando partículas maiores e mais fortes.

As partículas secadas por pulverização da presente invenção podem ser revestidas com uma ou mais camadas de revestimento. Revestimentos e métodos conhecidos na técnica podem ser usados, e exemplos destes são discutidos nos seguintes documentos: WO 89/08694; WO
10 89/08695; WO 00/01793; Patente US Nº 4.106.991; EP 170360; EP 304332; EP 304331; EP 458849; EP 458845; WO 97/39116; WO 92/12645 A; WO 89/08695; WO 89/08694; WO 87/07292; WO 91/06638; WO 92/13030; WO 93/07260; WO 93/07263; WO 96/38527; WO 96/16151; WO 97/23606; Patente US Nº 5.324.649; Patente US Nº 4.689.297; EP 206417; EP 193829;
15 DE 4344215; DE 4322229 A; DD 263790; JP 61162185 A; e. JP 58179492. O revestimento pode incluir materiais como aglutinantes, fibras, sais, materiais insolúveis em água, pigmentos, estabilizadores de enzimas ou combinações dos mesmos conforme descrição acima na seção de granulação em misturador.

20 Os processos descritos acima podem ser suplementados com processos de moer/triturar e/ou monitorar em qualquer etapa. Pode ser desejável, por exemplo, triturar as partículas secadas por pulverização antes das etapas de processamento subsequentes e monitorar o produto final para que se obtenham frações do tamanho desejado.

25 Aplicações

As partículas da presente invenção são úteis em uma ampla faixa de composições e aplicações. Exemplos de composições incluem, sem limitação, composições de limpeza (por exemplo, composições detergentes e antimicrobianas), composições de processamento têxtil (por exemplo, composições para alvejamento enzimático e/ou lavagem de têxteis com pedras),
30 composições terapêuticas incluindo um fármaco, composições de processamento de couro, composições de processamento de polpa ou de papel,

composições alimentícias ou de bebidas (por exemplo, composições enzimáticas usadas na produção de vinho, óleos, gorduras, produtos cítricos e sucos, produtos de amidos e açúcares, produtos alcoólicos e/ou fermentados, produtos de soja, farinha de panificação e massas), composições alimentícias para animais e composições de cuidados pessoais.

Uma composição detergente que usa as partículas da presente invenção pode ser formulada, por exemplo, como um detergente manual ou de máquina que inclui os aditivos apropriados. Também pode ser formulada como um detergente para propósitos de limpeza doméstica em geral, ou para lavar louças à mão ou na máquina.

A composição detergente contém partículas que contêm enzimas preparadas usando o processo de secagem por pulverização aqui descrito. A enzima é tipicamente uma protease, uma lipase, uma cutinase, uma amilase, uma carboidrase, uma celulase, uma pectinase, uma mananase, uma arabinase, uma galactanase, uma xilanase, uma oxidase, por exemplo, uma lacase e/ou uma peroxidase. Uma enzima é incluída em uma quantidade correspondente a de 0,01 a 100 mg de enzima por litro de solução de lavagem. Frequentemente, uma enzima é adicionada em uma quantidade correspondente a de 0,05 a 5 mg de enzima por litro ou 0,1 a 1 mg de enzima por litro de solução de lavagem.

As proteases que podem ser incluídas na composição detergente podem ser de origem animal, vegetal ou microbial. A protease é frequentemente uma serina protease ou uma metaloprotease, com uma protease microbial alcalina ou uma protease similar à tripsina. Subtilisinas são um exemplo de uma classe de proteases alcalinas (por exemplo, subtilisinas derivadas de *Bacillus* como a subtilisina Novo, subtilisina Carlsberg, subtilisina 309, subtilisina 147 e subtilisina 168). Tripsina e a *Fusarium* protease descritas em WO 89/06270 e WO 94/25583 são exemplos de proteases similares à tripsina.

Proteases específicas que podem ser usadas são as variantes de enzimas descritas em WO 92/19729, WO 98/20115, WO 98/20116, e WO 98/34946, especialmente as variantes com substituição em uma ou mais das

seguintes posições: 27, 36, 57, 76, 87, 97, 101, 104, 120, 123, 167, 170, 194, 206, 218, 222, 224, 235 e 274. Proteases comercialmente disponíveis adequadas incluem Alcalase[®], Savinase[®], Primase[®], Duralase[®], Esperase[®], e Kannase[®] (Novo Nordisk A/S), Maxatase[®], Maxacal[®], Maxapem[®], Propenase[®], Purafect[®], Purafect OxP[®], FN2[®], e FN3[®] (Genencor International Inc.).

Lipases que podem ser incluídas nas composições detergentes podem ser de origem bacteriana ou fúngica. Lipases adequadas – como aquelas de *Humicola*, *H. insolens*, *P. alcaligenes*, *P. pseudoalcaligenes*, *P. cepacia*, *P. stutzeri* e *P. fluorescens* – são descritas nos seguintes documentos: EP 258 068; EP 305 216; WO 96/13580; EP 218 272; EP 331 376; GB 1.372.034; WO 95/06720; WO 96/27002; WO 96/12012; Dartois et al. (1993), *Biochemica et Biophysica Acta*, 1131, 253-360); JP 64/744992; e, WO 91/16422. Exemplos de variantes de lipases são relatados em WO 92/05249, WO 94/01541, EP 407 225, EP 260 105, WO 95/35381, WO 96/00292, WO 95/30744, WO 94/25578, WO 95/14783, WO 95/22615, WO 97/04079 e WO 97/07202. Enzimas de lipase comercialmente disponíveis incluem Lipolase[®] e Lipolase Ultra[®] (Novo Nordisk A/S).

Amilases que podem ser incluídas nas composições detergentes podem ser de origem bacteriana ou fúngica. Uma lipase adequada é a α -amilase, amilase obtida de *Bacillus* (discutida em GB 1.296.839). Amilases específicas que podem ser usadas são as variantes de enzimas descritas em WO 94/02597, WO 94/18314, WO 96/23873, e WO 97/43424, especialmente as variantes com substituições em uma ou mais das seguintes posições: 15, 23, 105, 106, 124, 128, 133, 154, 156, 181, 188, 190, 197, 202, 208, 209, 243, 264, 304, 305, 391, 408, e 444. Amilases comercialmente disponíveis incluem Duramyl[®], Termamyl[®], Fungamyl[®] e BAN[®] (Novo Nordisk A/S), Rapidase[®] e Purastar[®] (Genencor International Inc.).

Celulases que podem ser incluídas nas composições detergentes podem ser de origem bacteriana ou fúngica. Celulases do gênero *Bacillus*, *Pseudomonas*, *Humicola*, *Fusarium*, *Thielavia* e *Acromonium* são adequadas. Tais celulases são discutidas nos seguintes documentos: Patente US Nº 4.435.307, Patente US Nº 5.648.263, Patente US Nº 5.691.178, Pa-

tente US Nº 5.776.757 e WO 89/09259. Frequentemente, a celulose é uma celulose alcalina ou neutra que possui benefícios no tratamento de cor. Tais celulases são relatadas em EP 0 495 257, EP 0 531 372, WO 96/11262, WO 96/29397, WO 98/08940. Variantes de celulase listadas em WO 94/07998, EP 0 531 315, Patente US Nº 5.457.046, Patente US Nº 5.686.593, Patente US Nº 5.763.254, WO 95/24471, WO 98/12307 e PCT/DK98/00299 também são adequadas. Celulases comercialmente disponíveis incluem Celluzyme[®], e Carezyme[®] (Novo Nordisk A/S), Clazinase[®], e Puradax HA[®] (Genencor International Inc.), e KAC-500(B)[®] (Kao Corporation).

10 Peroxidases/oxidases que podem ser incluídas nas composições detergentes podem ser de origem vegetal, bacteriana ou fúngica. Peroxidases adequadas incluem peroxidases da Coprinus e variantes das mesmas. Essas são descritas em WO 93/24618, WO 95/10602, e WO 98/15257. Peroxidases comercialmente disponíveis incluem Guardzyme[®] (Novo Nordisk A/S).

15 A composição detergente da invenção pode estar em qualquer forma convencional (por exemplo, em barra, tablete, pó, grânulos, pasta ou líquido). Um detergente líquido pode ser aquoso ou não-aquoso. Quando o detergente é aquoso, ele tipicamente contém até 70% de água e de 0 a 30% de solvente orgânico.

20 O detergente compreende um ou mais tensoativos. Tais tensoativos podem ser não-aniônicos, aniônicos, catiônicos ou zwitteriônicos. Os tensoativos estão tipicamente presentes no detergente em um nível que vai de 0,1% a 60% em peso. Quando um tensoativo aniônico está incluído, este é incluído em um percentual em peso que vai de 1 a 40%. Exemplos de tensoativos aniônicos incluem, sem limitação, benzenossulfonato de alquilalinear, α -olefinossulfonato, sulfato de alquila (sulfato de álcool graxo), etoxissulfato de álcool, sec-alcanossulfonato, éster metílico de ácido α -sulfo graxo, ácido alquil- ou alquenilsuccínico ou sabão.

30 Quando um tensoativo não-iônico está incluído no detergente, este é normalmente incluído em um percentual em peso que vai de 0,2% a 40%. Exemplos de tensoativos não-iônicos incluem, sem limitação, etoxilato

de álcool, etoxilato de nonilfenol, alquilpoliglicosídeo, óxido de alquil-dimetilamina, monoetanolamida de ácido graxo etoxilado, monoetanolamida de ácido graxo, amida de poliidroxi alquil ácido graxo, ou derivados N-acila ou N-alquila de glicosamina ("glicamidas").

5 O detergente pode opcionalmente conter um ou mais dos seguintes: um builder de detergente ou agente complexante; um ou mais polímeros; um sistema de alvejamento; condicionadores de tecidos incluindo argilas; intensificadores de espuma; supressores de espuma; agentes anti-corrosão; agentes suspensores de manchas; agentes antirre deposição de
10 manchas; tintas; bactericidas; clareadores ópticos; hidrótrofos; inibidores de embaçamento e perfumes.

Quando um builder ou agente complexante estiver incluído no detergente, esses estão normalmente incluídos em um percentual em peso que vai de 0,01% a 65%. Exemplos de builder de detergente ou de agentes
15 complexantes incluem, sem limitação, zeólitos, difosfatos, trifosfatos, polifosfatos, fosfonatos, carbonatos, citratos, ácido nitrila-triacético, ácido etileno-diaminotetra-acético, ácido dietilenotriaminopenta-acético, ácido alquil ou alquenilsuccínico, silicatos solúveis ou silicatos em camadas (por exemplo, SKS-6 da Hoechst). Exemplos de polímeros que podem ser incluídos no de-
20 tergente são carboximetil-celulose, poli(vinilpirrolidona), polietileno glicol, poli(álcool vinílico), poli(vinilpiridina-N-óxido), poli(vinilimidazol), policarboxilatos tais como poliacrilatos, copolímeros de ácido maleico/acrílico e copolímeros de metacrilato de laurila/ácido acrílico.

Quando um sistema alvejante está incluído no detergente, este é
25 tipicamente uma fonte de H_2O_2 como o perborato ou percarbonato. A fonte de H_2O_2 pode ser também combinada com um ativador de alvejamento que forma perácido, como tetra-acetiletlenodiamina ou nonanoiloxibenzenossulfonato. Alternativamente, o sistema alvejante pode compreender peróxidos do tipo, por exemplo, amida, imida ou sulfona.

30 Os seguintes exemplos têm por intenção ilustrar e não limitar a invenção.

EXEMPLOS

Exemplo 1: Medições de Viscosidade Elongacional

Medições de viscosidade elongacional relativa foram conduzidas em água, propileno glicol a 15% em água e cloreto de sódio a 10% em água para que se encontrasse o polímero de grau alimentício mais eficaz (maior razão entre viscosidade elongacional e concentração). O propileno glicol e o cloreto de sódio são não-solventes para os polímeros e assim tendem a aumentar a viscosidade elongacional a uma concentração de polímero fixa. Os valores de viscosidade elongacional relativas foram determinados usando-se um viscosímetro de pipeta modificada de leite peneira acondicionada (25 mL). Poli(óxido de etileno) (PEO) foi incluído no presente estudo como um padrão. PEO teve a maior razão de viscosidade elongacional para concentração entre todos os polímeros de grau alimentício examinados.

Todas as medições foram realizadas utilizando-se soluções poliméricas a 0,025% em peso. Tempos de escoamento através do viscosímetro leite de peneira acondicionada foram usados como um indicativo das viscosidades elongacionais relativas dos polímeros (a viscosidade elongacional é diretamente proporcional aos tempos de escoamento).

Tabela 1 - Tempos de escoamento de viscosidade elongacional médios em segundos (desvio padrão entre parênteses). Tempo de escoamento para a água sem o polímero = 10,5 segundos.

Polímero	0,025% em água	0,025% em água contendo 15% de propileno glicol	0,025% em água contendo 10% de cloreto de sódio
Poli(óxido de etileno) (PEO)			
Polyox WSR-N60K	48,3 (1,1)	---	---
Hidroxipropilmetilcelulose			
Methocel K15M	11,7 (0,1)	---	---
Methocel K100M	15,3 (0,8)	23,7 (0,7)	---
Methocell K250M	19,1 (0,3)	30,7 (2,1)	20,0 (1,3)

Polímero	0,025% em água	0,025% em água contendo 15% de propileno glicol	0,025% em água contendo 10% de cloreto de sódio
Carboximetilcelulose			
Cellogen HP-12-HS	28,0 (1,3)	35,6 (0,7)	---
Cellogen 980C	30,8 (1,2)	---	---
Goma guar			
Multi-Kem FG60-70	19,2 (0,1)	Não compatível	21,3 (0,3)
Goma de xantana			
ISP XG-80	18,4 (0,1)	24,6 (0,2)	19,0 (0,5)

Exemplo 2: Medições do Tamanho da Gotícula do Pulverizador

Um bocal de atomização de ar do Minissecador por Pulverização Buchi Mini (modelo B-191) foi utilizado em todos os experimentos. O orifício do bocal tinha 0,7 mm de diâmetro. A pressão do ar para os experimentos descritos nas Tabelas 2 e 3 era de 414 kPa (60 psi) e a vazão do fluido era de 74,2 mL por minuto. A maltodextrina usada nos experimentos foi Maltrin QD M500 produzida por Grain Processing Corp., Muscatine, Iowa. A maltodextrina é utilizada como um substrato solúvel em água para enzimas secadas por pulverização.

Um tensiômetro de bolha Sensadyne (modelo QC 6000) foi usado para medir a tensão superficial dinâmica. Medições são relatadas a uma frequência de bolha de 1,82 bolhas por segundo. Medições das gotículas do pulverizador foram realizadas usando o sistema de difração a laser Malvern Spraytec.

Medições do tamanho das gotículas do pulverizador a 414 kPa (60 psi) são mostradas na tabela 2 para uma solução a 15% de maltodextrina e soluções a 15% de maltodextrina contendo 0,025% de aditivo polimérico. A maltodextrina no nível de 15% não diminui a tensão superficial dinâmica da água (73,3 dynes/cm vs. 72,5 dynes/cm para a água) e logo, não diminui o $Dv(10)$. O pequeno aumento em $Dv(10)$ para a solução de maltodextrina 15% se comparado à água é provavelmente um resultado da viscosidade

de cisalhamento aumentada, por exemplo, espessamento.

Tabela 2 - Dados do tamanho médio das gotículas (desvio padrão entre parênteses) em μm usando o bocal Buchi a 414 kPa (60 psi) de pressão do ar.

A distância da ponta do bocal até o feixe do laser era de 58,42 cm. A vazão do fluido era de 74,2 mL/min.

5

Solução	Dv(10)	Dv(50)	Dv(90)	% Transmissão
Água	11,07 (0,15)	28,74 (0,42)	59,84 (1,14)	78,49 (1,92)
Maltodextrina 15%	11,7 (0,25)	31,39 (0,52)	69,82 (1,34)	79,48 (1,67)
PEO 0,025% + Maltodextrina 15%	24,11 (1,15)	75,29 (4,22)	148,56 (4,23)	88,37 (0,83)
Methocel K250M* + Malto- dextrina a 15%	11,98 *0,73)	31,86 (1,32)	69,51 (2,56)	79,24 (1,7)
Cellogen HP-12- HS 0,025% + Maltodextrina a 15%	13,5 (0,5)	37,14 (1,39)	82,89 (3,15)	81,32 (1,09)
Cellogen 980C + Maltodextrina a 15%	14,3 (0,56)	39,87 (1,58)	87,93 (3,76)	79,04 (1,98)

*Não dissolveu completamente

PEO = poli(óxido de etileno) (Polyox WSR-N60K), Dow Chemical Company, Midland, Michigan.

Methocel K250M = hidroxipropilmetilcelulose, Dow chemical Company, Midland, Michigan.

10

Cellogen = carboximetilcelulose, distribuída nos Estados Unidos por Montello, Inc.

Tabela 3 - Percentual de volume de gotículas com menos de 10 μm e mais do que 100 μm para soluções a 414 kPa (60 psi).

Solução	Percentual de volume de gotículas com menos de 10 μm	Percentual de volume de gotículas com mais de 100 μm
Água	8,0	1,2
Maltodextrina a 15%	7,4	3,1
PEO 0,025% + Maltodextrina a 15%	1,2	29,0
Methocel K250M* + Maltodextrina a 15%	7,4	3,1
Cellogen HP-12-HS 0,025% + Maltodextrina 15%	5,5	5,5
Cellogen 980C + Maltodextrina a 15%	4,9	6,6

5 As Tabelas 2 e 3 mostram que a capacidade de um polímero de reduzir finos em uma aplicação por pulverização é diretamente proporcional à sua viscosidade elongacional, mostrada na Tabela 1.

Exemplo 3: Secagem por Pulverização na Presença de Polímero de Alto Peso Molecular

10 Soluções de maltodextrina a 15% que contêm baixos níveis de polímeros de grau alimentício de alto peso molecular foram pulverizadas usando-se um Minissaecador por Pulverização Buchi Mini (modelo B-191). A maltodextrina usada nos experimentos foi Maltrin QD M500 produzida por Grain Processing Corp., Muscatine, Iowa. Maltodextrina é utilizada como um substrato solúvel em água para enzimas secadas por pulverização. Polímeros de grau alimentício de alto peso molecular foram adicionados à solução de maltodextrina a 15% baseado em suas capacidades de aumentar a viscosidade elongacional da solução e, assim, aumentar o tamanho médio da partícula do pulverizador.

Um diagrama esquemático do secador por pulverização é mostrado na Figura 1. As seguintes condições foram fixadas para cada uma das

corridas: Temperatura de entrada: 170° C; Configuração do fluxo de ar atomizado: 800; Bomba da solução do pulverizador: 15% (~ 5,8 mL/min); receptor da câmara do pulverizador insulado (11 na Figura 1); o bocal foi resfriado com água.

5 A capacidade da bomba de aspiração foi aumentada de 80% para 90% e para 100% durante a corrida e as leituras da temperatura de saída e do medidor de vácuo foram registradas em função do tempo para que se avaliasse a quantidade de partículas sólidas finas que saíam do ciclone e ficavam retidas na bolsa de filtragem (9 na figura 1). O rendimento percentual do produto coletado no ciclone (8 na Figura 1) também foi medido. A bolsa de filtragem foi limpa depois de cada corrida para garantir que a leitura do medidor de vácuo inicial fosse a mesma em cada corrida.

15 As configurações do aspirador, leitura da temperatura de saída e leitura do vácuo na traseira da bolsa de filtragem foram tomadas em função do tempo para cada uma das corridas de secagem por pulverização. As leituras finais aos 45 minutos de cada corrida foram resumidas abaixo na Tabela 4 (tempos de escoamento de viscosidade alongacional e tensão superficial dinâmica para as soluções do pulverizador também são listadas). A geração de altos níveis de partículas finas resulta em níveis maiores de acumulação na bolsa de filtragem, aumentando o vácuo (de -3,5 Mpa (35 mbar) para -7,0 MPa (70 mbar) na Tabela 4 abaixo) e diminuindo a temperatura de saída, Toutlet. O aumento do vácuo e diminuição da temperatura de saída levam a um desempenho ineficaz do secador por pulverização.

25 Tabela 4 - Condições no final (45 minutos) das corridas de secagem por pulverização

Solução de pulverização: Maltodextrina a 15% + aditivos					
Corrida #	Aditivos	Tempos de escoamento de viscosidade alongacional (seg)	DST* (dynes/cm)	Toutlet (°C)	Vácuo (MPa; mbar)
1	-	-	73,3	70	(-7,0;-70)

Solução de pulverização: Maltodextrina a 15% + aditivos					
Corrida #	Aditivos	Tempos de escoamento de viscosidade alongacional (seg)	DST* (dynes/cm)	Toutlet (°C)	Vácuo (MPa; mbar))
5	Cellogen 980 C 0,01%	-		77	(-6,2;-62)
6	Cellogen 980 C 0,025% + Aquacoat 3% (sólidos)**	30,8	52,2	77	(-6,0; -60)
2	PEO 0,025%	-	-	83	(-5,7;-57)
7	Cellogen 980C 0,025% + Jincryl 2153 5% (sólidos)**	30,8	62,6	82	(5,7;-57)****
3	Coellogen HP-12-HS	28,0	73,1	86	(-5,6;-56)
4	Cellogen 980C 0,025%	30,8	73,4	93	(-4,7; -47)
8	PEO 0,01%	-	-	94	(-3,5;-35)*****

* Tensão de superfície dinâmica de 1,82 bolhas/segundo

**Etil celulose (temperatura de transição vítrea = 90°C)

*** Polímero acrílico (temperatura de transição vítrea = 75°C)

****Taxa reduzida de solubilização de maltodextrina quando a partícula se-
5 cada por pulverização foi colocada em água

***** Paredes da câmara do pulverizador estavam molhadas.

Na Tabela 4, as corridas estão listadas em ordem crescente de temperatura de saída e decrescente em leitura de vácuo aos 45 minutos. A

corrida 1 (Matodextrina a 15% sem aditivos de polímero) resultou na menor temperatura de saída e maior leitura de vácuo. Isto indicou que a corrida 1 teve o maior nível de partículas sólidas finas de maltodextrina coletadas na bolsa de filtragem. Dos resultados na Tabela 4, o polímero de grau alimentício Cellogen 980C (carboximetilcelulose) usado em 0,025% (corrida 4) foi muito eficaz na redução na massa de finos de maltodextrinas coletados na bolsa de filtragem. Cellogen HP-12-HS (carboximetilcelulose com um grau mais baixo de substituição e menor viscosidade elongacional que Cellogen 980C) não é tão eficaz (tentativa 3) quanto Cellogen 980C na redução da massa de finos coletados na bolsa de filtragem. O padrão PEO (que não é de grau alimentício) foi tão eficaz quanto o Cellogen 980C a 0,025% na redução de finos quando utilizado em um nível entre 0,0025% e 0,01% (PEO a 0,0025% não foi eficaz como Cellogen 980C a 0,025% e PEO a 0,01% resultou em partículas pulverizadas muito grandes, o que levou a secagem incompleta e paredes da câmara de secagem molhadas).

Exemplo 4: Secagem por Pulverização de uma Enzima na Presença de Polímero de Alto Peso Molecular

Soluções de aproximadamente 15% peso/peso de enzimas protease e maltodextrina (6,5% de sólidos de enzima e 8% de sólidos de maltodextrina) com e sem um baixo nível de polímeros de grau alimentício de alto peso molecular foram pulverizadas usando-se um Minissecador por Pulverização Buchi Mini (modelo B-191). A maltodextrina usada nos experimentos foi Maltrin QD M500 produzida por Grain Processing Corp., Muscatine, Iowa.

Um diagrama esquemático do secador por pulverização é mostrado na Figura 1. As seguintes condições foram fixadas para ambas as corridas: Temperatura de entrada: 170°C; Configuração do fluxo de ar atomizado: 500 L/h; Bomba da solução do pulverizador: 15% (~ 5,6 mL/min); bomba de aspiração: 100% e o bocal foi resfriado com água de bica corrente e fria.

As leituras do medidor de vácuo do foram registradas em função do tempo para que se avaliasse a quantidade de partículas sólidas finas que saíam do ciclone e ficavam presas na bolsa de filtragem (9 na figura 1). O rendimento percentual do produto coletado no ciclone (8 na figura 1) também

foi medido. A bolsa de filtragem foi limpa depois de cada corrida para garantir que a leitura do medidor de vácuo inicial era a mesma em cada corrida.

A leitura da temperatura de saída e a leitura do vácuo na traseira da bolsa de filtragem foram tomadas em função do tempo para cada uma das corridas de secagem por pulverização. As leituras estão resumidas na Tabela 5. A geração de altos níveis de partículas finas resulta em níveis maiores de acumulação na bolsa de filtragem, aumentando o vácuo e diminuindo a temperatura de saída, Toutlet. O aumento no vácuo e a diminuição da temperatura de saída levam a um desempenho ineficaz do secador por pulverização.

Tabela 5 - Leituras da temperatura de saída e do vácuo

Tempo, minutos	Temperatura de saída, °C		Vácuo, -mbar	
	Enzima	+ 980C	Enzima	+ 980C
0	92	91	38	38
3	93	95	39	38
5	91	94	41	38
10	86	92	51	41
15	82	89	59	49
20	79	85	61	55
25	76	82	63	58
30	75	80	65	61
35	74	78	68	63
40	72	76	69	64
44		76		65
45	72		69	

Os rendimentos foram calculados para ambas as corridas para seções diferentes do secador por pulverização. Não havia partículas no receptor (11 na figura 1) para a corrida de enzima/maltodextrina, mas havia

partículas coletadas no receptor para a corrida com Collagen 980C. O receptor coleta as partículas mais grosseiras que são pesadas demais para serem carregadas pelo ciclone. O rendimento no ciclone e seu vaso coletor (4 & 8 na Figura 1) foi maior para a corrida com Cellogen 980C que para a corrida com enzima/maltodextrina. O ciclone e seu vaso coletor são os principais pontos de acumulação do produto secado por pulverização. O rendimento na unidade de filtro foi mais baixo para a corrida com Cellogen 980C se comparado à tentativa de enzima/maltodextrina. O rendimento na unidade de filtro é uma medida da quantidade de partículas finas coletadas. O rendimento em várias seções do secador por pulverização é resumido na Tabela 6.

Tabela 6 - Rendimento no término da tentativa em diversas seções do secador por pulverização

	Rendimento no receptor, %	Rendimento no ciclone, %	Rendimento na unidade de filtro, %
Enzima + maltodextrina	0	43,7	4,2
+ Cellogen 980C 0,025%	0,4	66,1	1,5

Dos resultados das Tabelas 5 e 6, o polímero de grau alimentício Cellogen 980C (carboximetil-celulose) usado a 0,025%, foi mais eficaz na manutenção da temperatura de saída e resultou em um acréscimo menor da pressão de vácuo se comparado ao controle sem polímero. A adição de Cellogen 980C a 0,025% aumentou a produção de partículas grossas coletadas no receptor, aumentou o rendimento de produto no ciclone e diminuiu o rendimento de partículas finas na unidade de filtro.

Embora essa invenção tenha sido aqui descrita com algum detalhamento através da ilustração com exemplos objetivando clarificar o entendimento, será óbvio para os técnicos no assunto que certas alterações e modificações poderão ser realizadas sem que se saia do espírito e escopo da invenção. Assim, esse relatório descritivo não deve ser usado como limitação do escopo da invenção, que é delimitada pelas reivindicações em anexo.

Todas as publicações, as patentes, e os pedidos de patente citados aqui são incorporados, na íntegra, a título de referência, para todos os propósitos e de mesma forma como se cada publicação, patente ou pedido de patente individual tivesse sido indicada individualmente para ser aqui in-

5 corporada a título de referência.

REIVINDICAÇÕES

1. Método de secagem por pulverização de uma composição aquosa, caracterizado pelo fato de que compreende:

- 5 (a) introduzir uma composição aquosa em um dispositivo de secagem por pulverização, em que tal composição aquosa compreende de 0,001 a 0,10% em peso de um polímero poli (óxido de etileno) possuindo um peso molecular de 300.000 Dáltons a 4.000.000 Dáltons, e um polipeptídeo; e
- 10 (b) secar por pulverização a composição aquosa para produzir partículas.

2. Método de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o polipeptídeo é uma enzima.

3. Método de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a enzima é selecionada de uma oxidoreductase, uma transferase, 15 uma hidrolase, uma liase, uma isomerase e uma ligase.

4. Método de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o rendimento das partículas é aumentado em pelo menos 5% em comparação com um processo idêntico em que a composição aquosa não compreende o polímero.

20 5. Composição detergente, caracterizada pelo fato de que compreende uma partícula produzida pelo método como definido na reivindicação 1, em que a partícula compreende 0,002 a 0,25 % em peso do polímero, e o polipeptídeo está presente na partícula em uma concentração maior que 0,5 por cento em peso.

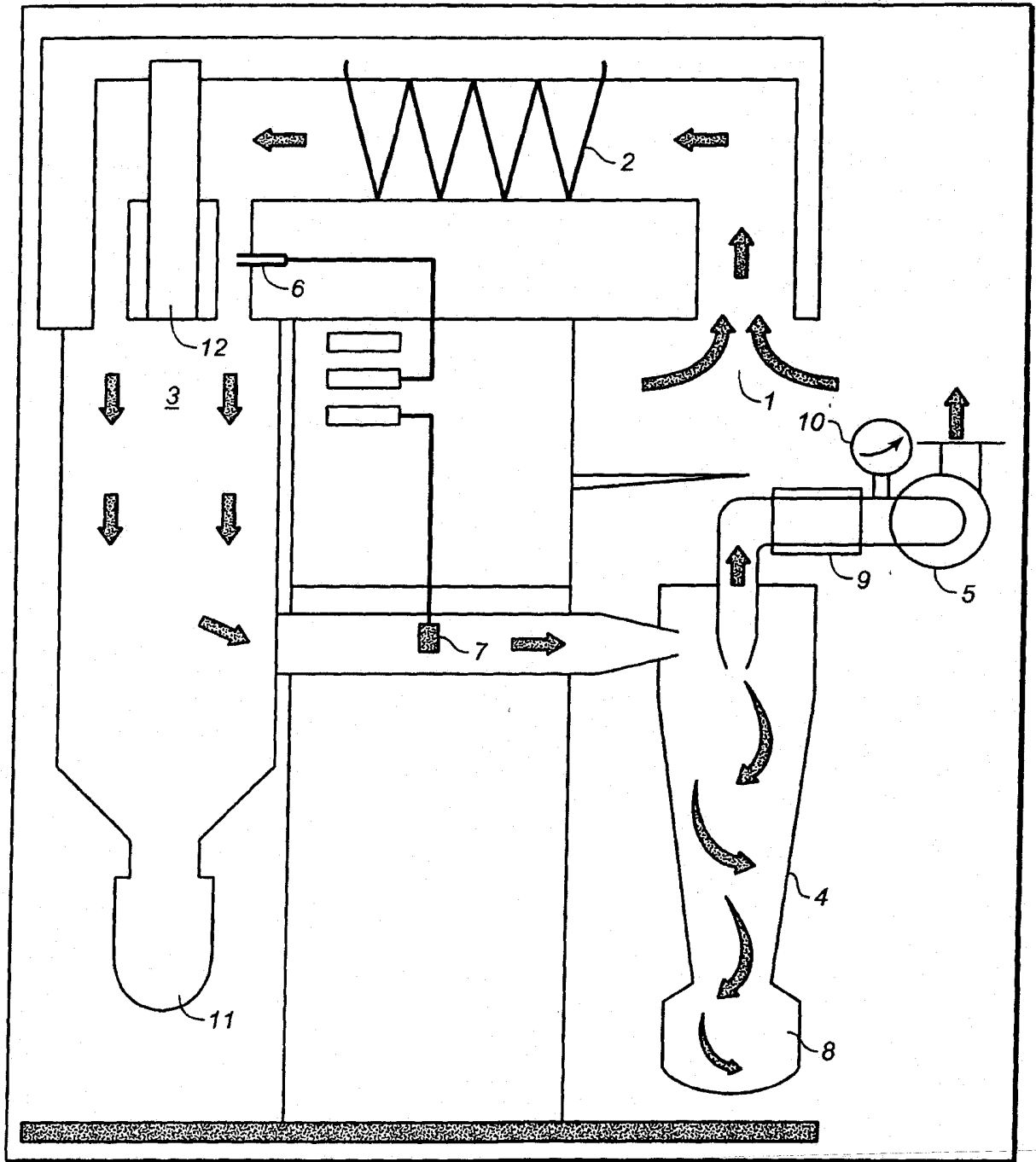


FIG. 1

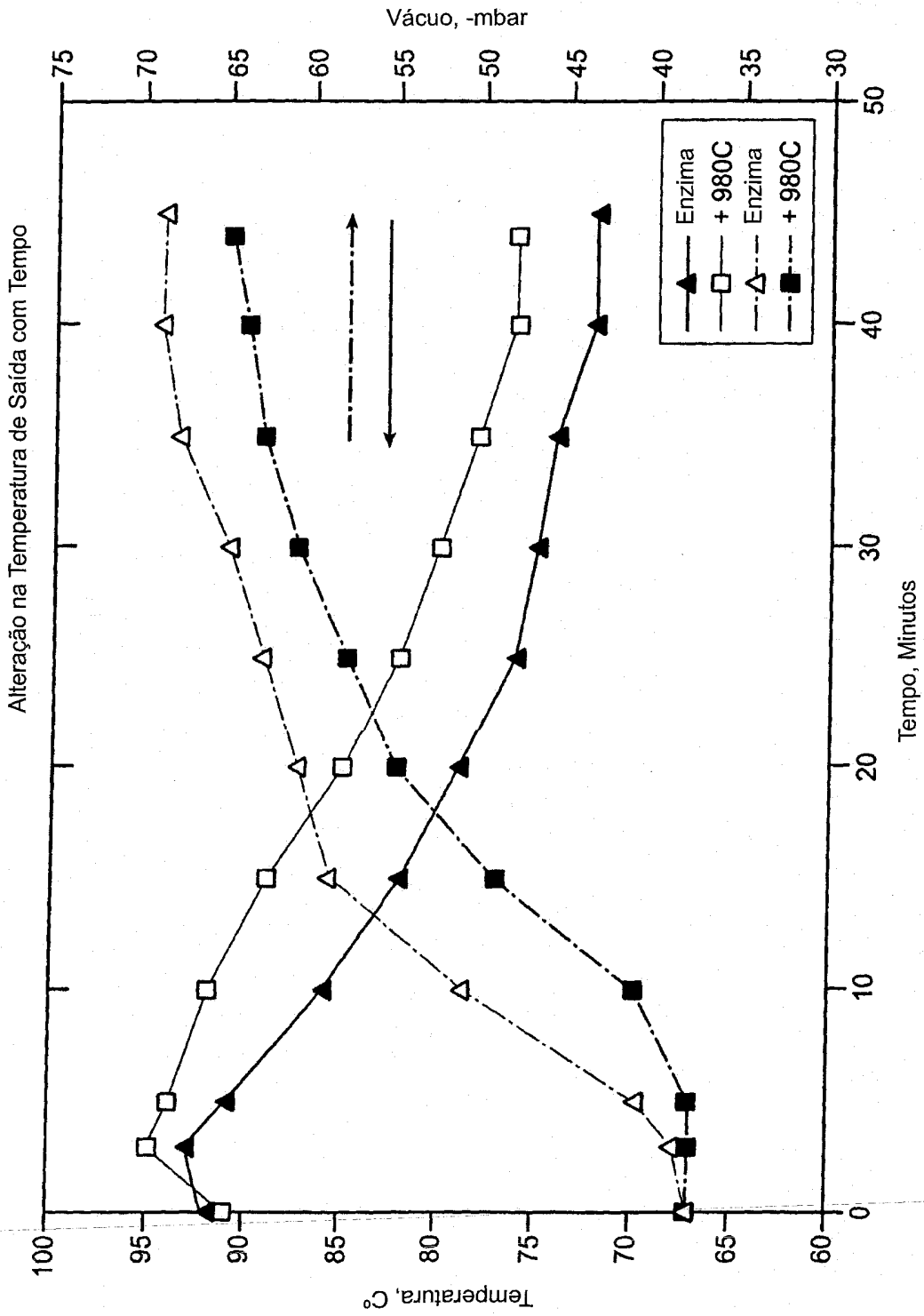


FIG. 2