

MEMÓRIA DESCRITIVA

DA

PATENTE DE INVENÇÃO

Nº 95 189

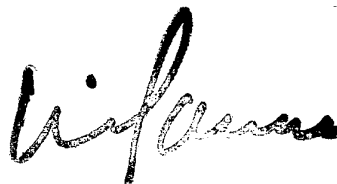
NOME: HENKEL KOMMANDITGESELLSCHAFT AUF AKTIEN, alemã,
industrial, com sede em 67 Henkelstrasse, 4000 Düsseldorf,
República Federal da Alemanha

EPÍGRAFE: "PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE COMPOSIÇÕES DE
LAVAGEM LÍQUIDAS CONTENDO UM ZEÓLITO"

INVENTORES: HANS JOSEF BEAUJEAN, JENS BODE, STEFAN PAASCH,
KARL SCHWADTKE, EDUARD SMULDERS e ERIC SUNG

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

Na República Federal da Alemanha em 6 de Setembro de 1989,
sob o Nº P 39 29 591.5



- 2 -

R E S U M O

A invenção refere-se ao processo para a preparação de composições de lavagens líquidas, isentas de fosfato e contendo um zeólito, que compreende a operação da mistura de 10 a 25% em peso de zeólito, 40 a 60% em peso de água e 1 a 10% em peso de um sistema de electrólitos que actua de forma a estabilizar as composições; as referidas composições de lavagem são estáveis durante a armazenagem e durante o transporte a temperaturas compreendidas no intervalo entre 5 e 60°C não têm tendência a sedimentarem-se.

O sistema de electrólitos é constituído pelo menos por dois electrólitos do grupo dos carbonatos, sulfatos, cloretos, acetatos e citratos mas, no mínimo por um carbonato e um sulfato

A invenção refere-se a uma composição de lavagem líquida aquosa, isenta de fosfatos, que contém um zeólito como substância estruturante, assim como a um processo para a sua preparação.

Os agentes de lavagem líquidos que contêm substâncias estruturantes são já conhecidos em grande número. Nestes concentrados aquosos existem também substâncias estruturantes por si só solúveis em água, como por exemplo tripolifosfato de sódio, mas que se encontram presentes parcialmente não dissolvidos e na forma de pequenas partículas. Por razões de segurança de aplicação estas composições líquidas de lavagem têm

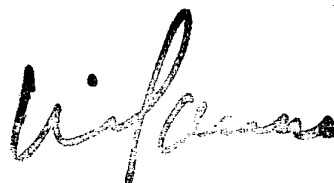
Wifam

- 3 -

que ser formuladas como suspensões homogêneas estabilizadas. Se se substituir o tripolifosfato por zeólito NaA tem também que se solucionar então, para este componente insolúvel e finamente dividido, o problema da estabilização da suspensão. Para esse efeito o Pedido de Patente Alemã 3 605 978 propõe que as partículas do zeólito sejam postas em suspensão num líquido não aquoso ("nietensioactivo" líquido) e por adição do sal de alumínio de um ácido carboxílico alifático superior (triestearato de alumínio) se aumente a estabilidade da suspensão. Do Pedido de Patente Alemã 3 625 189 são conhecidos agentes de lavagem grosseiros líquidos, não aquosos, que contêm 25 - 45% em peso de um ou mais "nietensioactivos" líquidos, 10 - 20% em peso de sais de ácido nitrilotriacético, 10 - 25% em peso do zeólito assim como um antigelificante, por exemplo um agente tensioactivo não iónico reagido com anidrido succínico, ou um éter alquilenoglicol-monoalquílico, assim como triestearato de alumínio como estabilizador.

A Patente Norte Americana 4 018 720 descreve composições de lavagem aquosas líquidas que contêm 7 a 25% em peso de uma mistura de alquilsulfatos ou alquiléter-sulfatos e alquilbenzenossulfonatos, 6 a 25% em peso de uma substância estruturante fosfatada, 3 a 20% em peso de um sulfato de metal alcalino como estabilizador e eventualmente 1 a 10% em peso de um aluminossilicato como co-estruturante. A utilização de unicamente alquilbenzenossulfonato como agente tensioactivo aniónico conduz igualmente a composições fisicamente instáveis, tal como a adição de solventes como por exemplo álcoois ou glicóis.

São conhecidos do Pedido de Patente Canadiana 1 202 857 composições de lavagem líquidas aquosas estáveis que contêm 13 - 38% em peso de zeólito, 5 - 40% em peso de um sabão de



um ácido gordo insaturado com 16 a 22 átomos de carbono, 7 a 20% em peso de um agente tensioactivo, tal como um agente tensioactivo não iónico alcoxilado e aminoóxidos, 5 - 15% em peso de substâncias estruturantes solúveis em água como por exemplo policarboxilatos e pirofosfatos, e 30 - 70% em peso de água. Nestes meios podem adicionar-se complementarmente também agentes tensioactivos anfóteros e outros aniónicos, entre os quais se contam também sabões saturados.

O Pedido de Patente Europeia 75 976 descreve composições de lavagem líquidas aquosas alcalinas que contêm 7 - 30% em peso de zeólito, 5 - 40% em peso de um sabão de ácido gordo insaturado com 16 a 22 átomos de carbono, 1 - 30% em peso de um agente tensioactivo não iónico, 5 - 15% em peso de um policarboxilato solúvel em água e 20 - 82% em peso de água, mas que no entanto são isentos de agentes tensioactivos aniónicos sintéticos que de outro modo desestabilizam os ésteres perfumantes presentes nesta mistura líquida estável.

No Pedido de Patente Europeia 86 614 são descritas composições de lavagem aquosas líquidas que contêm agentes tensioactivos aniónicos e eventualmente e/ou agentes tensioactivos não iónicos, cationicos e anfóteros, substâncias estruturantes insolúveis em água, postas em suspensão e eventualmente solúveis em água, assim como outros electrólitos, não devendo o sulfato de sódio estar presente em quantidades superiores a 3% em peso. De preferência, por razões de estabilidade, utilizam-se como substância estruturante tripolifosfato ou misturas de tripolifosfato e outras substâncias estruturantes. Enquanto as suspensões fosfatadas, em parte mesmo após 12 meses de armazenagem à temperatura ambiente, não apresentam qualquer sinal de ocorrência de sedimentação, as composições isentas de fosfatos e que continham como substâncias estruturantes



- 5 -

13,4% em peso de zeólito e 8,9% em peso de silicato ou 13,6% em peso de zeólito e 9,0% em peso de silicato, foram estáveis à armazenagem um mês à temperatura ambiente.

Do Pedido de Patente Europeia 142 185 são conhecidas composições de lavagem líquidas aquosas estáveis que contêm fosfatos condensados e/ou nitrilotriacetato, em combinação com zeólito NaY. As suspensões possuem um pH de 7 a 9. As composições contêm 1 a 60% em peso de agente tensioactivo, 0,5 a 30% em peso de fosfato e/ou nitrilotriacetato, e 1 a 45% em peso do zeólito. Os agentes tensioactivos podem consistir em meios tensioactivos aniónicos ou não iónicos, utilizando-se estes de preferência na proporção 10:1 a 1:10. O zeólito NaA revelou-se desadequado para utilização nestas composições ; logo após 15 dias de armazenagem à temperatura ambiente apareceram separações de fases nítidas.

No Pedido de Patente Europeia 151 884 descrevem-se composições de lavagem líquidas aquosas que contêm substâncias estruturantes, de preferência fosfatos, e agentes tensioactivos, numa proporção de pelo menos 1,5:1, assim como electrólitos. A quantidade de electrólito que em cada caso é necessária para a estabilização de uma determinada suspensão formada por água, agente tensioactivo e substâncias estruturantes, previamente referida, é determinada por medidas de conductividade: no caso da adição contínua de sais electrólíticos a conductividade eléctrica passa por um primeiro mínimo no qual a suspensão é estável.

Do Pedido de Patente Europeia 170 091 são igualmente conhecidos composições de lavagem líquidas aquosas que contêm meios tensioactivos, electrólitos, nas quais se incluem também substâncias estruturantes solúveis em água, mas que no entanto — contêm menos do que 3% em peso de sulfato de sódio, e substân-



- 6 -

cias estruturantes em suspensão. Também neste caso, pelas mesmas razões de estabilidade que foram referidas no caso dos pedidos de patente europeia 86 614 e 151 884, utiliza-se de preferência como substância estruturante tripolifosfato. As composições, por centrifugação a 800 x a gravidade durante 17 horas a 25°C, são separáveis em pelo menos duas camadas, das quais pelo menos uma é uma fase aquosa. As composições estáveis contêm uma quantidade de electrólito dissolvido tal que nesta fase aquosa existem 2 a 4,5 iões-grama de iões de metal alcalino por litro.

De acordo com o conteúdo do pedido de patente europeia 295.021 concentrados tensioactivos aquosos cristalinos líquidos, não sedimentáveis, que podem ser transportados e armazenados sem perda de estabilidade, contêm 25 a 80% em peso de tensioactivos, assim como até 10% em peso, referidos à quantidade do agente tensioactivo de electrólitos. O sulfato de sódio no entanto, não é adicionado, ou é-o apenas em vestígios e neste último caso é incorporado no concentrado como impureza do tensioactivo aniónico. Os concentrados podem ser rapidamente diluídos ou, por adição de outros constituintes de composições de lavagem, como por exemplo por adição de substâncias estruturantes em suspensão, de preferência tripolifosfato, e eventualmente de electrólitos, podem ser desdobrados na forma de composições de lavagem líquidas. Neste caso, a utilização de electrólitos que não possuam propriedades estruturantes é menos preferida.

O pedido de patente europeia 301.882 descreve uma composição de lavagem líquida que pode conter substâncias estruturantes, como fosfatos e zeólito, e que contem polímeros ou copolímeros capazes de reduzir a viscosidade, por exemplo polietilenoglicol, poliacrilatos, polimaleatos, polissacarídeos, e



- 7 -

polissacarídeos sulfonados. Neste caso os polímeros são apenas parcialmente solúveis na fase aquosa, sendo o restante um componente de uma fase dispersa na fase aquosa. As composições são já consideradas suficientemente estáveis se na armazenagem a 25°C, durante 21 dias, não se verificar qualquer separação de fases de mais do que 2%.

O problema da invenção consistia pois em se tentar obter uma composição de lavagem líquida aquosa, isenta de fosfatos, contendo um zeólito, que seja estável à armazenagem tanto à temperatura ambiente como também a 40°C pelo menos três meses, e que também não tenha tendência para sedimentar no transporte a temperaturas compreendidas entre 5 e 60°C, e que satisfaça às exigências de poder das modernas composições de lavagem líquidas.

O objecto da presente invenção é por conseguinte uma composição de lavagem líquida isenta de fosfatos, contendo zeólitos, que contém 10 a 30% em peso de agentes tensioactivos aniónicos e não iónicos, 10 a 25% em peso de zeólito, 1 a 10% em peso de um sistema electrolítico constituído por pelo menos dois electrólitos do grupo dos carbonatos, sulfatos, cloretos, acetatos e citratos, e 40 a 60% em peso de água, consistindo o sistema electrolítico pelo menos num carbonato e num sulfato.

As composições de acordo com a invenção contêm de preferência 5 a 20% em peso de meios tensioactivos aniónicos correntes da classe dos sulfonatos e sulfatos. Como meios tensioactivos do tipo sulfonato interessam de preferência benzenossulfonatos de alquilo com 9 a 13 átomos de carbono no grupo alquilo, especialmente benzenossulfonatos de alquilo em C₁₂, e sulfonatos de base química gorda, tais como os ésteres de ácidos



- 8 -

gordos α -sulfonados (éster sulfonatos) por exemplo o éster metílico α -sulfonado dos ácidos gordos hidrogenados provenientes de óleo de côco, óleo de palma e sebo. Os meios tensioactivos do tipo sulfato apropriados são por exemplo os monoésteres do ácido sulfúrico de álcoois primários de origem natural e sintética, isto é, de álcoois gordos como por exemplo álcool gordo de côco, álcool gordo de sebo, álcool oleílico, álcool laurílico, álcool miristílico, álcool palmitílico ou álcool estearílico, ou os oxoálcoois com 10 a 20 átomos de carbono, e os álcoois secundários com este comprimento de cadeia, sendo preferidos os monoésteres de ácido sulfúrico e de álcoois primários de base gorda. São também apropriados os monoésteres do ácido sulfúrico de álcoois etoxilados com 1 a 6 moles de óxido de etileno, tais como álcoois gordos de cadeia linear com 12 a 18 átomos de carbono, ou álcoois com 9 a 11 átomos de carbono ramificados com 2-metilo tendo em média 3,5 moles de óxido de etileno. Prestam-se ainda monoglicéridos de ácidos gordos sulfatados. Os sulfatos e sulfonatos podem estar presentes individualmente ou em misturas. As composições preferidas contêm 5 a 17% em peso, especialmente 8 a 16% em peso de benzenossulfonatos de alquilo com 9 a 13 átomos de carbono no grupo alquilo, ou 10 a 20% em peso de uma mistura dos benzenossulfonatos de alquilo com 9 a 13 átomos de carbono na parte alquilo com um ou mais de outros sulfonatos e/ou sulfatos em qualquer proporção de mistura.

Como meios tensioactivos aniónicos são ainda utilisáveis sabões, de preferência sabões de ácidos gordos saturados, tais como os sais dos ácidos láurico, mirístico, palmítico, e esteatérico. São particularmente apropriadas misturas de sabões derivados de ácidos gordos naturais, tais como os ácidos gordos dos óleos de côco, de palma ou de sebo. São também



- 9 -

apropriados os sabões que são compostos por 50 a 100% em peso de sabões de ácidos gordos saturados com 12 a 18 átomos de carbono e 0 a 50% em peso de sabões de ácido oleico. As composições de acordo com a invenção podem conter 0 a 5% em peso de sabões. As composições preferidas possuem um teor de sabões de 1 a 3,5% em peso.

Os meios tensioactivos aniónicos podem estar presentes na forma dos seus sais de sódio, potássio ou de amónio, assim como na forma dos sais solúveis de bases orgânicas, tais como mono-, di ou trietanolamina.

As composições de acordo com a invenção contêm adicionalmente de preferência, 5 a 10% em peso de meios tensioactivos da classe dos não iónicos. São apropriados por exemplo álcoois gordos etoxilados correntes, especialmente produtos de adição de 2 a 7 mol de óxido de etileno (EO) com álcoois primários de cadeia linear, tais como por exemplo álcoois gordos de côco, sebo ou álcool oleílico, ou de álcoois primários ramificados com metilo na posição 2 (oxoálcoois). Utilizam-se especialmente álcoois com 12 a 14 átomos de carbono com 3 EO ou 4 EO, álcoois com 13 a 15 átomos de carbono com 3, 5 ou 7 EO, álcoois com 12 a 18 átomos de carbono com 3, 5 ou 7 EO e misturas destes álcoois, tais como misturas de um álcool com 12 a 14 átomos de carbono e com 3 EO e um álcool com 12 a 18 átomos de carbono com 5 EO, numa quantidade de 5 a 9% em peso.

Como substancias estruturantes as composições de acordo com a invenção contêm o zeólito NaA. São ainda utilizáveis misturas dos zeólitos NaA e NaX, sendo a fracção do zeólito NaX nestas misturas de, preferivelmente, menos do que 30%, especialmente menos do que 20%. Os zeólitos apropriados não possuem partículas com dimensão superior a 30 μ m e consistem, pelo menos



080%, em partículas com uma dimensão de menos do que 10 um. O seu tamanho médio de partículas (distribuição em volume, método de medida: Coulter Counter) situa-se no intervalo de 1 a 10 um. Os zeólitos preferidos têm um tamanho médio de partículas de 2 a 4 um. O seu poder de ligação do cálcio, que é determinado de acordo com as indicações do Pedido de Patente Alemã 2 412 837, situa-se num intervalo de 100 a 200 mg CaO/g. Os zeólitos, que estão presentes perfazendo 10 a 25% em peso das composições de acordo com a invenção, podem conter ainda desde a sua preparação, um excesso de álcalis. Preferivelmente o teor das composições de acordo com a invenção em zeólitos é de 12 a 20% em peso e especialmente de 14 a 19% em peso. A relação agente tensioactivo:zeólito ascende de preferência a 0,8:1 até 1,4:1 e especialmente 1:1 até 1,4:1.

As suspensões de acordo com a invenção, constituídas por água, meios tensioactivos e zeólito, são estabilizadas por meio de um sistema electrolítico que consiste em pelo menos dois sais de preferência sais de sódio e/ou sais de trietanolamónio, do grupo dos carbonatos, cloretos, sulfatos, acetatos e citratos, sendo no entanto o sistema electrolítico constituído por pelo menos um carbonato e um sulfato. A parte do sistema electrolítico, referida à composição total, é de 1 a 10% em peso. Consiste em 0,5 - 4% em peso e de preferência 0,5 - 2% em peso de carbonato, em 0,5 - 8% em peso e de preferência em 1 a 6% em peso de sulfato, em 0 - 4% em peso e de preferência 0,1 - 2% em peso de cloreto, em 0 a 4% em peso e de preferência em 0,1 - 2,5% em peso de acetato, e 0 - 1,5% em peso, de preferência 0,1 - 1% em peso de citrato que é incorporado na composição na forma de ácido cítrico e se forma por reacção com o excesso de álcali. O sistema electrolítico preferivelmente utilizado compreende 3 ou 4 electrólitos diferentes, especialmente (referidos à composição global) 0,5 a 2% em peso de car-

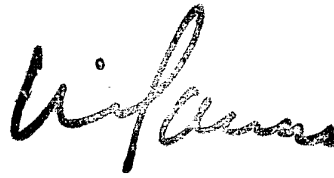


- 11 -

bonato de sódio, 4 a 6% em peso de sulfato de sódio e 0,8 a 1,5% em peso de citrato, por exemplo citrato de sódio ou citrato de trietenolamônio, ou 0,5 a 1,5% em peso de carbonato de sódio, 3,5 a 5,5% em peso de sulfato de sódio e 1,0 a 2,0% em peso de cloreto de sódio ou 0,5 a 1% em peso de carbonato de sódio, 4 a 6% em peso de sulfato de sódio, e 0,5 a 4% em peso de acetato de sódio, ou 0,5 a 1% em peso de carbonato de sódio, 3 a 5,5% em peso de sulfato de sódio, 0,5 a 1,5% em peso de cloreto de sódio, e 0,5 a 2,5% em peso de acetato de sódio. A relação zeólito:sistema electrolítico é de preferência de 10:3 até 10:6 e especialmente 10:4 até 10:5.

As composições de acordo com a invenção contêm 40 a 60% em peso de água e de preferência 42 a 55% em peso de água.

O pH das composições situa-se entre 8 e 12, de preferência entre 8,5 e 10,5 e especialmente entre 9 e 10. A densidade das composições tem um valor de 1,1 a 1,25 g/ml de preferência de 1,15 a 1,22 g/ml. As composições de acordo com a invenção possuem um limite de fluidez de pelo menos 3 Pa. As composições preferidas possuem limites de fluidez entre 4 e 35 Pa. A sua viscosidade (viscosidade Brookfield, fuso nº 6, 10 rpm) situa-se no intervalo entre 2000 a 11 000 mPas, de preferência entre 3 000 e 9 000 mPas, e especialmente entre 3 500 e 8 500 mPas. A estabilidade à armazenagem das composições foi ensaiada tanto à temperatura ambiente como também a 40°C, ao longo de um período de tempo de 7 meses. As composições mantiveram-se estáveis pelo menos 3 meses. No caso de composições já armazenadas há longo tempo, mesmo ao fim de 4 meses e mesmo ao fim de 7 meses não se observou qualquer sedimentação. As composições podem ser transportadas a temperaturas compreendidas entre 5 e 60°C.

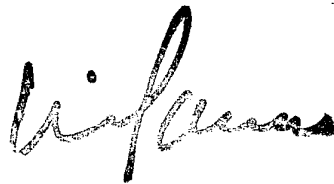


O poder de espumação dos meios tensioactivos é reduzido pela adição de 0,05 a 2% em peso de substâncias orgânicas não tensioactivas. Os inibidores de espumação apropriados são por exemplo misturas conhecidas polissiloxano-sílica, estando a sílica, ali contida na forma de pó fino, de preferência silanizada. Os polissiloxanos podem consistir tanto em compostos lineares (óleos de silicone) como também em resinas de polissiloxano rectificado, bem como nas suas misturas. Outros anti-espumantes apropriados são por exemplo óleos de parafina, microparafina e cera de parafina. Utilizam-se também com vantagem misturas de diversos inibidores de espumação, por exemplo formadas por óleo de silicone e óleo de parafina. É particularmente preferida a utilização de 0,1% em peso de óleo de silicone, referido à composição global.

As composições contêm de preferência 0,5 a 5% em peso de álcoois com 2 a 3 átomos de carbono e 1 a 3 grupos hidroxilo, tais como etanol, propanol, propilenoglicol e glicerina. Utilizam-se de preferência propilenoglicol e glicerina, isoladamente ou em mistura com etanol, em quantidades de 2 a 3% em peso.

Além disso as composições podem conter pequenas quantidades de bases livres, tais como trietanolamina ou soda cáustica, para se manter o pH num valor entre 9 e 12.

Além dos componentes já descritos as composições podem eventualmente conter outros aditivos conhecidos e habitualmente incorporados em composições de lavagem, como por exemplo sais de ácidos polifosfónicos, branqueadores ópticos, enzimas, branqueadores estáveis em meio aquoso, hidrótrofos, assim como corantes e aromatizantes, nas quantidades correntes, os quais não influenciam a estabilidade das suspensões de acordo com a invenção.



- 13 -

Como sais de ácidos polifosfónicos são utilizados de preferência o sal de sódio de reacção neutra por exemplo de 1-hidroxi-etano-1,1-difosfonato e pentametileno-fosfonato de dietil-tri-amina, em quantidades de 0,1 a 1,5% em peso. A quantidade total de fósforo na composição é de preferência inferior a 0,5%.

As composições de lavagem podem conter como branqueadores ópticos derivados do ácido diaminoantimóniodissulfónico ou dos seus sais de metais alcalinos. São apropriados por exemplo sais do ácido 4,4'-bis(2-anilino-4-morfolino-1,3,5-triazino-6-il-amino)-antimónio-2,2'-dissulfónico ou compostos de estrutura idêntica que em vez do grupo morfolino transportam um grupo dietanolamino, um grupo metilamino, um grupo anilino ou um grupo 2-metoxietilamino. Além disso podem estar presentes branqueadores ópticos do tipo do 4,4'-diestiril-difenilo substituído; por exemplo o composto 4,4'-bis-(4-cloro-3-sulfoestiril)-difenilo. Também podem ser utilizadas misturas dos branqueadores ópticos referidos acima. O teor máximo destes branqueadores nas composições de acordo com a invenção ascende a 0,5% em peso, sendo utilizadas preferivelmente quantidades de 0,02 a 0,1% em peso.

Como enzimas interessam os das classes das proteases, lipases amilases ou as suas misturas. A sua proporção pode ascender a 0,2 - 1% em peso.

Numa forma de realização preferida as composições contêm 8 - 16% em peso de benzenossulfonatos de alquilo com 9 a 13 átomos de carbono no grupo alquilo, especialmente benzenossulfonatos de alquilo com 12 átomos de carbono na parte alquilo, 1 - 3,0% em peso de sabões de ácidos gordos saturados com 12 a 18 átomos de carbono, na forma dos sais de sódio e/ou de trietanolamónio, 5 - 9% em peso de meios tensioactivos não iónicos, 14 - 19% em peso de zeólito contendo água de ligação, 0,5 - 1,5%



- 14 -

em peso de carbonato de sódio, 3 - 6% em peso de sulfato de sódio, 0 - 1,5% em peso de 1-hidroxietano-1,1-difosfonato e/ou pentametileno fosfonato de dietilenotriamina, 0,1% em peso de óleo de silicone e 43 - 54% em peso de água.

Numa outra forma de realização preferida as composições contêm meios tensioactivos, zeólito, fosfonato, óleo de silicone e água tal como acima, assim como 0,5 - 1% em peso de carbonato de sódio, 4 - 6% em peso de sulfato de sódio, 1,5 - 2% em peso de acetato de sódio e 2 - 3% em peso de glicerina ou propilenoglicol.

Igualmente preferida é a utilização de composições que contêm meios tensioactivos, zeólito, fosfonato, óleo de silicone, carbonato de sódio, sulfato de sódio e água tal como foi descrito anteriormente, assim como 0,8 - 1,5% em peso de citrato, por exemplo citrato de sódio e/ou citrato de trietanolamónio, e 2 - 3% em peso de glicerina ou de uma mistura de 2/3 de glicerina e 1/3 de etanol.

A invenção refere-se ainda a um processo para a preparação das composições de lavagem líquidas descritas anteriormente. No caso presente as composições de lavagem líquidas podem ser preparadas de forma já conhecida por si. Preferivelmente introduzem-se previamente num reactor, que está equipado com um sistema de agitação, 35 a 60% e de preferência 40 a 58% de água, referidos à quantidade total de água prevista para a composição, assim como o agente inibidor de espumação. A incorporação doseada dos restantes componentes é realizada de forma que se evite a incorporação por agitação de uma grande quantidade de bolhas de ar. No caso de estarem presentes sabões como constituintes das composições, aquece-se a 60 - 80°C o correspondente ácido gordo ou mistura de ácidos gordos e



incorpora-se então por agitação, na água já existente no reactor que, para este efeito, é igualmente aquecida previamente a 60 - 80°C. Na sequência desta operação os ácidos gordos são convenientemente neutralizados com trietanolamina e/ou com hidróxido de sódio, que é preferivelmente adicionado na forma de uma solução aquosa. O zeólito NaA pode ser adicionado tanto na forma de um pó como também na forma de uma suspensão aquosa, sendo preferível a adição de uma suspensão aquosa do zeólito a 40 a 55% em peso. Os sais electrolíticos carbonato e sulfato, assim como eventualmente os cloretos e acetato, podem igualmente ser incorporados na forma de pó ou na forma de uma solução aquosa.

E X E M P L O S

Exemplo 1

Este exemplo descreve a preparação de uma composição de lavagem líquida (W1) de acordo com a invenção, como um preparado de 900 Kgs.

Num reactor de caldeira de 800 litros, que estava equipado com um sistema de agitação, introduziram-se previamente 195,25 kg de água e 0,9 kg de óleo de silicone (agente antiespumante de siliconeVP 1132, produto da firma Wacker-Chemie GmbH). Depois da mistura água-óleo de silicone ter sido aquecida a 70°C adicionaram-se-lhes 16,00kg, igualmente aquecidos a 70°C, de um ácido gordo em C₁₂ (a 94%).



- 16 -

Como outros constituintes foram adicionados os seguintes componentes nas quantidades indicadas:

150,00 kg de uma solução aquosa a 55% em peso de dodecilbenzenossulfonato de sódio,

60,00 kg de álcool com 13 a 15 átomos de carbono com 7 grupos óxido de etileno(EO),

305,00 kg de uma suspensão aquosa de zeólito a 52% em peso que foi estabilizada com álcool gordo de sebo com 5 EO,

100,00 kg de uma solução aquosa de sulfato de sódio a 50% em peso;

10,00 kg de uma solução aquosa de carbonato de sódio a 50% em peso,

7,20 kg de ácido cítrico

12,20 kg de trietanolamina,

25,00 kg de glicerina

assim como 4,5 kg de perfume, 0,45 kg de branqueador óptico 4,50 kg de protease, e 9,00 kg de 1-hidroxietano-1,1-difosfato dissódico.

Depois de terminado o processo de mistura agitou-se continuamente 20 minuto. Em seguida a suspensão obtida foi desgaseificada em vácuo (coluna a 120 mm Hg) para se eliminar o ar incorporado durante o processo de dispersão.

Densidade: 1,2 g/ml

pH: 9,20



viscosidade (viscosímetro Brookfield, fuso Nº 6,
10 rpm): 4 000 mPas limite de fluidez: 4,2 Pa

estabilidade à armazenagem: A estabilidade à armazenagem
foi de 7 meses. Para temperaturas de armazenagem de 40°C
e temperatura ambiente não ocorreu, em ambos os casos
e durante este período de tempo, qualquer sedimentação.

Exemplo 2:

Foram preparadas outras composições de acordo com a invenção
W2 - W5 analogamente ao exemplo 1.

A composição W2 continha 9,5 em peso de benzenossulfonato de
dodecilo, 1,7% em peso de ácidos gordos em C₁₂, 6% em peso de
um álcool com 13 a 15 átomos de carbono e com 7 EO, 3% em peso
de um álcool com 12 a 14 átomos de carbono e com 3 EO, 1,3%
em peso de trietanolamina, 17% em peso de zeólito NaA, 2,0%
em peso de carbonato de sódio, 4,0% em peso de sulfato de só-
dio, 1,0% em peso de ácido cítrico, 3% em peso de glicerina
e 52,05% em peso de água. O tempo de armazenagem ascendeu a
5 meses. Durante este período de tempo, às temperaturas de ar-
macenagem de 40°C e temperatura ambiente não ocorreu sedimen-
tação.

A composição W3 continha 14% em peso de benzenossulfonato de
dodecilo, 8% em peso de um álcool com 12 a 14 átomos de car-
bono e 5 EO, 0,5% em peso de hidróxido de sódio, 18% em peso
de zeólito NaA, 0,5% em peso de carbonato de sódio, 5,0% em
peso de sulfato de sódio, 2,0% em peso de cloreto de sódio,
2% em peso de glicerina, 1% em peso de etanol e 47% em peso
de água. O tempo de armazenagem foi de 4 meses. Durante este
período de tempo não se verificou qualquer sedimentação às
temperaturas de armazenagem de 40°C e temperatura ambiente.



A composição W4 continha 10% em peso de benzenossulfonato de dodecilo, 1,8% em peso de um ácido gordo com 12 a 14 átomos de carbono, 1,4% em peso de trietanolamina, 6% em peso de uma mistura formada por um álcool com 12 a 18 átomos de carbono com 5 EO e um álcool com 12 a 14 átomos de carbono e com 3 EO, 17% em peso de zeólito NaA, 0,5% em peso de carbonato de sódio, 5,5% em peso de sulfato de sódio, 2,0% em peso de acetato de sódio, 3% em peso de propilenoglicol e 50,1% em peso de água. O tempo de armazenagem foi de 5 meses. Durante este período de tempo não ocorreu sedimentação às temperaturas de armazenagem de 40°C e temperatura ambiente.

A composição W5 foi preparada a partir de 9,8% em peso de benzenossulfonato de dodecilo, 8,0% em peso de um álcool com 12 a 14 átomos de carbono com 5 EO, 4,9% em peso de um ácido gordo com 12 átomos de carbono, 1,1% em peso de hidróxido de sódio, 17,5% em peso de zeólito NaA, 2% em peso de glicerina, 1% em peso de etanol, 0,5% em peso de carbonato de sódio, 6,0% em peso de sulfato de sódio, 0,9% em peso de ácido cítrico, 0,5% em peso de protease, 0,1% em peso de óleo de silicone e 47,7% em peso de água. O tempo de armazenagem foi de 6 1/2 meses. As temperaturas de armazenagem de 40°C e temperatura ambiente não ocorreu, em ambos os casos e durante este período de tempo, qualquer sedimentação.

Exemplo 3:

Este exemplo descreve o ensaio, em termos de técnica de aplicação, da composição de acordo com a invenção (W1), que foi realizado numa máquina de lavar doméstica com um tambor de lavagem disposto horizontalmente (tipo Miele W 433) nas seguintes condições:



Temperatura de lavagem:	60°C
Processo de lavagem	programa de lavagem de roupa corada
Dureza da água:	16° d (160 mg CaO por litro)
Dosagem do agente de lavagem:	224 g
Amostra textil:	de cada vez lavaram-se duas tiras de ensaio com a mesma sujidade, assim como 3,5 kg de roupa de casa suja.

Determinação em quadruplicado.

A avaliação visual dos resultados da lavagem (quadro 1) realizou-se com um reflectómetro Zeiss a 460 nm (incidência do efeito do branqueador óptico). Diferenças de remissão de 2% e mais podem ser distinguidas pelo consumidor.

Tipos de sujidade

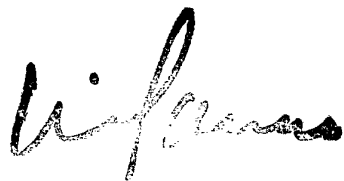
- I pó/gordura da pele sobre algodão
- II pó/gordura da pele sobre algodão em obra
- III pó/gordura da pele sobre um tecido misto de algodão em obra e poliéster (50:50)
- IV pó/gordura da pele sobre poliéster
- V óleo mineral sobre algodão
- VI chá sobre algodão
- VII vinho tinto sobre algodão
- VIII cosmético sobre algodão em obra

Li-flores

- 20 -

% de remissão para as sujidades	valor inicial	W1
I	30,9	64,5
II	27,7	69,7
III	22,8	44,8
IV	30,4	71,7
V	17,4	74,6
VI	28,1	48,2
VII	28,7	55,4
VII	22,4	65,7

Os resultados são desde comparáveis até melhores do que os valores susceptíveis de serem obtidos com produtos comerciais.



R E I V I N D I C A Ç O E S

1ª - Processo para a preparação de composições de lavagem líquidas contendo um zeólito isentas de fosfato, caracterizado pelo facto de se misturar 10 a 30% em peso de agentes tensio-activos aniónicos e não iónicos, 10 a 25% em peso de zeólito, 1 a 10% em peso de um sistema de electrólitos, que consiste em pelo menos dois electrólitos do grupo dos carbonatos, cloretos, acetatos e citratos, e 40 a 60% em água, consistindo o sistema de electrólitos pelo menos num carbonato e num sulfato.

2ª - Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo facto de se empregar 5 a 17% em peso de alquilbenzenos-sulfonato em C_9-C_{13} ou 12 a 20% em peso de uma mistura de alquilbenzenosulfonatos em C_9-C_{13} com um ou mais outros sulfonatos e/ou sulfatos, numa proporção de mistura qualquer.

3ª - Processo de acordo com as reivindicações 1 ou 2, caracterizado pelo facto de se empregar 1 a 3,5% em peso de sabões de ácidos gordos saturados sob a forma dos sais de sódio ou de trietanolamónio.

4ª - Processo de acordo com qualquer das reivindicações 1 a 3, caracterizado pelo facto de a proporção zeólito:sistema de electrólitos estar compreendida no intervalo entre 10:3 e 10:6, especialmente entre 10:4 e 10:5.

5ª - Processo de acordo com qualquer das reivindicações 1 a 4, caracterizado pelo facto de se empregar 0,5 a 1% em peso de carbonato de sódio, 4 a 6% em peso de sulfato de sódio e

Américo da Silva Carvalho

- 22 -

0,8 a 1,5% em peso de citrato.

6ª - Processo de acordo com qualquer das reivindicações 1 a 4, caracterizado pelo facto de se empregar 0,5 a 1% em peso de carbonato de sódio, 4 a 6% em peso de sulfato de sódio e 0,5 a 4% em peso de acetato de sódio.

7ª - Processo de acordo com qualquer das reivindicações 1 a 4, caracterizado pelo facto de se empregar 0,5 a 1% em peso, de carbonato de sódio, 3 a 5,5% em peso de sulfato de sódio, 0,5 a 1,5% em peso de cloreto de sódio e 0,5 a 2,5% em peso de acetato de sódio.

8ª - Processo de acordo com qualquer das reivindicações 1 a 7, caracterizado pelo facto de se empregar 2 a 3,5% em peso de propilenoglicol, glicerina ou duma mistura de glicerina e etanol ou de propilenoglicol e etanol.

9ª - Processo para a preparação de uma composição líquida de lavagem isenta de fosfato e contendo um zeólito, contendo 10 a 30% em peso de agentes tensioactivos aniónicos e não iónicos, 10 a 25% em peso de zeólito, 1 a 10% em peso de um sistema de electrólitos constituído pelo menos por dois electrólitos do grupo dos carbonatos, sulfatos, cloretos, acetatos e citratos, e 40 a 60% em peso de água, sendo o sistema de electrólitos formado pelo menos por um carbonato e um sulfato, caracterizado pelo facto de se realizar o processamento da mistura pelas operações usuais.

Lisboa, 3.SET. 80

O Agente Oficial da Propriedade Industrial

Américo da Silva Carvalho

Américo da Silva Carvalho
Agente Oficial de Propriedade Industrial
R. Castilho, 201-3. E.-1000 LISBOA
Tel. 65 13 39-65 46 13