



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

(21) **PI0617322-5 A2**

(22) Data de Depósito: 04/10/2006
(43) Data da Publicação: 19/07/2011
(RPI 2115)



★ B R P I 0 6 1 7 3 2 2 A 2 ★

(51) *Int.Cl.:*
D06L 3/02 2006.01
D21C 9/10 2006.01

(54) Título: **MÉTODO PARA O ALVEJAMENTO INDUSTRIAL DE UM SUBSTRATO**

(30) Prioridade Unionista: 12/10/2005 EP 05256345.9

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

(72) Inventor(es): Joaquim Manuel Henriques de Almeida, Ronald Hage, Zinaida Ponie Djodikromo

(74) Procurador(es): Atem & Remer Asses. Consul.
Prop. Int. LTDA

(86) Pedido Internacional: PCT EP2006009610 de 04/10/2006

(87) Publicação Internacional: WO 2007/042192 de 19/04/2007

(57) Resumo: MÉTODO PARA O ALVEJAMENTO INDUSTRIAL DE UM SUBSTRATO. A presente invenção diz respeito ao alveamento de substratos com uma solução aquosa de um sal solúvel em água de um catalisador de metal de transição pré-formado juntamente com peróxido hidrogênio.



PI0617322-5

"MÉTODO PARA O ALVEJAMENTO INDUSTRIAL DE UM SUBSTRATO"

CAMPO DA INVENÇÃO

5 A presente invenção se refere ao alvejamento catalítico de substratos industriais.

FUNDAMENTOS DA INVENÇÃO

O alvejamento do algodão em estado natural e polpa de madeira é uma indústria pesada.

10 O algodão em estado natural que se origina de sementes de algodão contém principalmente celulose incolor, mas possui uma cor amarela acastanhada devido ao pigmento natural da planta. Muitas impurezas se aderem, especialmente na superfície. Elas consistem principalmente de proteína, pectina, cinza e cera.

15 As indústrias de algodão e produtos têxteis reconhecem uma necessidade para o alvejamento do algodão antes de seu uso em produtos têxteis e outras áreas. O objetivo do alvejamento de tais fibras de algodão é remover as impurezas naturais e adventícias com a produção corrente de material substancialmente mais branco.

20 Existem dos tipos principais de alvejamento usados na indústria de algodão. Um tipo é uma solução diluída de hipoclorito de metal alcalino ou terroso alcalino. Os tipos mais comuns de tais soluções de hipoclorito são hipoclorito de sódio e hipoclorito de cálcio. Adicionalmente, dióxido de cloro como agente de alvejamento foi desenvolvido e apresenta menos dano ao algodão do que o hipoclorito. Também misturas de dióxido de
25 cloro e hipoclorito podem ser aplicadas. O segundo tipo de alvejamento é uma solução de peróxido, por exemplo, soluções de peróxido de hidrogênio. Este processo de alvejamento é tipicamente aplicado em temperaturas elevadas, isto é, de 80 a 100 °C. O controle da decomposição de peróxido devido aos traços de metal é a chave para se aplicar com êxito o peróxido de hidrogênio.

Freqüentemente silicatos de Mg ou agente sequestrantes tais como EDTA ou fosfonatos análogos podem ser aplicados para reduzir a decomposição.

Os tipos acima de soluções de alvejamento e soluções de alvejamento cáustico podem causar a oferta da fibra de algodão devido à oxidação que ocorre na presença de álcali quente ou da ação descontrolada de soluções de hipoclorito durante o processo de alvejamento. Da mesma forma o peróxido de hidrogênio é conhecido de fornecer resistências reduzidas de fibra de algodão, especialmente quando aplicado sem o próprio seqüestro ou estabilização dos íons de metal de transição. A oferta pode também ocorrer durante o alvejamento ácido mediante o ataque do ácido sobre a fibra de algodão com a formação de hidrocélulose.

A celulose purificada para a produção de raiom geralmente vem da polpa de madeira especialmente processada. É às vezes referida como “celulose em dissolução” ou “polpa em dissolução” para distingui-la das polpas de qualidade inferior usadas para a fabricação de papel e outros propósitos. A celulose em dissolução é caracterizada por um alto teor de celulose, isto é, é composta de moléculas de cadeia longa, relativamente livre de lignina e hemiceluloses, ou outros carboidratos de cadeia curta. Uma fibra fabricada composta de celulose regenerada, em que os substituintes têm substituído não mais do que 15 % do hidrogênio dos grupos de hidroxila.

A polpa de madeira produzida para a fabricação de papel contém a maioria da lignina originalmente presente e é então chamada de polpa mecânica ou foi principalmente deslignificada, como na polpa química. A polpa mecânica é usada para, por exemplo, papel para impressão de jornais e é freqüentemente mais amarela do que o papel produzido a partir da polpa química (tal como para papel de cópia ou papel para impressão de livros). Além disso, o papel produzido a partir da polpa mecânica é propenso ao amarelamento devido à oxidação induzida por luz ou temperatura. Embora os processos de alvejamento suave para a produção de polpa mecânica sejam

aplicados, para produzir polpa química tendo uma brancura elevada, vários processos de alveamento e deslignificação são aplicados. Os branqueadores amplamente aplicados incluem cloro elementar, dióxido de cloro, peróxido de hidrogênio e ozônio.

5 Embora tanto para o alveamento de produto têxtil quanto para o alveamento de polpa de madeira os branqueadores com base em cloro sejam os mais eficazes, existe uma necessidade de aplicar branqueadores com base em oxigênio por razões ambientais. O peróxido de hidrogênio é um bom agente de alveamento, no entanto, necessita ser aplicado em temperaturas
10 elevadas e tempos de reação longos. Para a indústria é desejável ser capaz de aplicar peróxido de hidrogênio em temperaturas mais baixas e tempos de reação mais curtos do que nos processos correntes.

As moléculas macrocíclicas triazacíclicas têm sido conhecidas durante várias décadas, e sua química complexa com uma grande variedade
15 de íons de metal foi estudada completamente. As moléculas azacíclicas freqüentemente resultam em complexos com estabilidade termodinâmica e cinética acentuada com respeito à dissociação do íon de metal, comparadas com seus análogos de cadeia aberta.

A EP 0458397 apresenta o uso de complexos de 1,4,7-trimetil-
20 1,4,7-triazaciclono-nano de manganês (Me₃-TACN) como catalisadores de alveamento e oxidação e o uso para processos de alveamento de papel/polpa e alveamento de produtos têxteis. O 1,4,7-trimetil-1,4,7-triazaciclono-nano (Me₃-TACN) foi usado na lavagem de louça para máquinas de lavar pratos automáticas, SUNTM, e também foi usado em uma composição detergente de
25 lavagem de roupa, OMO PowerTM. O ligando (Me₃-TACN) é usado na forma de seu complexo de metal de transição de manganês, o complexo tendo um contador de íon que previne a deliquescência do complexo.

O Pedido dos Estados Unidos 2001/0025695A1, Patt et al, divulga o uso de sais PF₆⁻ de 1,2-bis-(4,7-dimetil-1,4,7-triazaciclono-1-il)-

etano e Me₃-TACN (Me₄-DTNE).

As patentes dos Estados Unidos 5.516.738 e 5.329.024, Jureller et al, divulgam o uso de sais de perclorato de Me₃-TACN manganês para a epoxidação de olefinas. A Patente dos Estados Unidos 5.516.738
5 também apresenta o uso do ligando Me₃-TACN livre juntamente com o cloreto de manganês na epoxidação de olefinas.

A WO 2000/088063, de Lonza AG, divulga um processo para a produção de cetonas usando sais PF₆⁻ de Me₃-TACN manganês.

O Pedido dos Estados Unidos 2002/010120 apresenta o
10 alveijamento de substratos em um meio aquoso, o meio aquoso compreendendo um catalisador de metal de transição e peróxido de hidrogênio.

SUMÁRIO DA INVENÇÃO

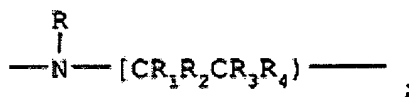
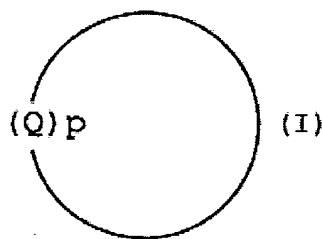
Em um aspecto a presente invenção é fornecido um método
15 para o alveijamento industrial de um substrato, o método compreendendo submeter o substrato em um meio aquoso, o meio aquoso compreendendo:

de 0,1 a 100 micromolar de um catalisador de metal de transição pré-formado; e

de 0,01 a 10 g/l de um sequestrante de aminocarboxilato ou
20 seu sal de metal álcali/alcalino; e,

de 5 a 1500 mM de peróxido de hidrogênio,

em que o meio aquoso é tamponado com um tampão selecionado do grupo consistindo de um tampão de carbonato tendo um pH na faixa de 7,5 a 9,5 e um tampão de borato tendo um pH na faixa de 9 a 10,3 e
25 em que o sal de catalisador de metal de transição pré-formado é um complexo mononuclear ou dinuclear de um catalisador de metal de transição Mn II-V, o ligando do catalisador de metal de transição de fórmula (I):



em que:

p é 3;

R é independentemente selecionado de: hidrogênio, alquila C1-C6, C2OH, C1COOH, e piridin-2-ilmetila ou um de R é ligado ao N de um outro Q através de uma ponte de etileno;

5 R1, R2, R3 e R4 são independentemente selecionados de: H, alquila C1-C4 e alquilidróxi C1-C4.

O termo C2OH é aquele onde -C2-alkil-OH é tal que a alquila C2 pode carregar outros grupos. É preferível que a alquila C2 seja não substituída, isto é, carregue apenas átomos de hidrogênio.

10 O termo C1COOH é aquele onde -C1-alkil-COOH é tal que a alquila C1 pode carregar outros grupos. É preferível que a alquila C1 seja não substituída, isto é, carregue apenas átomos de hidrogênio.

A presente invenção se estende a um produto tratado com o método da presente invenção.

15 DESCRIÇÃO DETALHADA DA INVENÇÃO

O método é particularmente aplicável ao alvejamento de algodão, polpa de madeira, lã, raiom, e outros materiais de proteína e celulose. Utilidade particular é observada quando o algodão é empregado como o substrato. A presente invenção é aplicável a um processo de batelada

20 ou contínuo. Em um processo de batelada, o material é colocado no recipiente no início e removido no final do processo. Em um processo contínuo, o material flui para dentro e para fora do processo durante a duração do processo.

Condições Ideais do Método

O método compreende várias condições que foram otimizadas de modo a fornecer as vantagens da presente invenção. Detalhados abaixo são os aspectos preferidos dos métodos completos que fornecem bom alveijamento enquanto mantém a integridade aceitável do substrato. A relação de substância líquida para substrato está preferivelmente na faixa de 50/1 a 0,8/1 e depende se o método é um processo de batelada ou contínuo.

Peróxido de Hidrogênio

O peróxido de hidrogênio pode ser adicionado como um líquido (tipicamente 50 % em água), ou como sais de peróxi, tais como monohidrato de perborato, tetraidrato de perborato, percarbonato, perfosfato, etc. Por razões de custo o peróxido de hidrogênio líquido é preferível.

A concentração preferida de peróxido de hidrogênio depende se o método é um processo de batelada ou contínuo. A razão para esta variação é porque a relação de substância líquida para substrato varia dependente do processo. Em um processo de batelada a relação de substância líquida para substrato é mais elevada, por exemplo, 10:1, do que em um processo contínuo, por exemplo, 1:1.

Em um processo de batelada a concentração preferida de peróxido de hidrogênio está na faixa de 5 a 150 mM.

Em um processo contínuo a concentração preferida de peróxido de hidrogênio está na faixa de 100 mM a 1,5 M, uma faixa mais preferida é de 100 mM a 1 M.

Sequestrante

O sequestrante usado na etapa de alveijamento é um sequestrante de aminocarboxilato ou misturas deste. O que segue são exemplos preferidos de sequestrantes de aminocarboxilato: ácido etilenodiaminatetraacético (EDTA), ácido N-hidroxietilenodiaminatetraacético (HEDTA), ácido nitrilotriacético (NTA),

ácido N-hidroxietilaminodiacético, ácido dietilenotriaminapentaacético (DTPA), ácido metilglicinodiacético (MGDA), e ácido alanina-N,N-diacético. Um sequestrante de aminocarboxilato mais preferido é o ácido dietilenotriaminapentaacético (DTPA).

- 5 A concentração mais preferida do sequestrante de aminocarboxilato usada no método é de 0,05 a 5 g/l, mais preferivelmente de 0,1 a 2 g/l.

Tampão

- 10 Durante o processo de alvejamento a solução aquosa é tamponada. O tampão é um tampão de carbonato ou borato. A faixa de pH mais preferida para um tampão de carbonato está entre 8,0 e 9,0. O nível preferido de carbonato é de 0,3 a 8 g/l. A faixa de pH mais preferida para o tampão de borato está entre 9,3 e 10,0. O nível preferido de borato é de 0,5 a 5 g/l, com 1 a 3 g/l sendo o mais preferido. Em alguns exemplos o perborato
15 ou percarbonato pode contribuir com o sistema tamponante.

Catalisador de Metal de Transição

- A EP 0458397 apresenta o uso de complexos de 1,4,7-trimetil-1,4,7-triazaciclononano de manganês (Me₃-TACN) como catalisadores de alvejamento e oxidação e o uso para processos de alvejamento de papel/polpa
20 e alvejamento de produtos têxteis. O 1,4,7-trimetil-1,4,7-triazaciclononano (Me₃-TACN) foi usado na lavagem de louça para máquinas de lavar pratos automáticas, SUN™, e também foi usado em uma composição detergente de lavagem de roupa, OMO Power™. O ligando (Me₃-TACN) é usado na forma de seu complexo de metal de transição de manganês, o complexo tendo um
25 contador de íon que previne a deliquescência do complexo. O contador de íon para os produtos comercializados contendo Me₃-TACN manganês é PF₆⁻. O sal de Me₃-TACN PF₆⁻ possui uma solubilidade em água de 10,8 g per litro a 20 °C. Adicionalmente, o contra-íon de perclorato (ClO₄⁻) é aceitável a partir deste ponto de vista por causa de sua capacidade em fornecer um Me₃-TACN

manganês que apreciavelmente não absorve água. No entanto, devido às propriedades explosivas potenciais dos complexos de perclorato de metal de transição, os compostos contendo perclorato não são preferidos. Referência é feita à Patente dos Estados Unidos 5.256.779 e EP 458397, ambas das quais estão no nome da Unilever. Uma vantagem dos contra-íons PF_6^- ou ClO_4^- com relação ao complexo $\text{Me}_3\text{-TACN}$ manganês é que o complexo pode ser facilmente purificado pela cristalização e recristalização de água. Além disso, os sais não deliquescentes permitem processamento, por exemplo, trituração dos cristais, e armazenagem de um produto contendo o $\text{Me}_3\text{-TACN}$ manganês. Além disso, estes ânions fornecem complexos de metal estáveis à armazenagem. Para facilidade de síntese do $\text{Me}_3\text{-TACN}$ manganês, contra-íons solúveis em água altamente deliquescentes são usados, mas estes contra-íons são substituídos com contra-íons não deliquescentes muito menos solúveis em água no final da síntese. Durante esta troca de contra-íon e purificação por cristalização perda do produto se origina. Uma desvantagem de se usar PH_6^- como um contra-íon é seu custo mais elevado significativo quando comparado com outros ânions altamente solúveis.

Embora o catalisador de metal de transição de manganês usado possa ser não deliquescente mediante o uso de contra-íons tais como PF_6^- ou ClO_4^- , é preferível para os substratos industriais que o complexo de metal de transição seja solúvel em água. É preferível que o metal de transição pré-formado esteja na forma de um sal tal que tenha uma solubilidade em água de pelo menos 50 g/l em 20 °C. Os sais preferidos são aqueles de cloreto, acetato, sulfato e nitrato.

A concentração mais preferida do catalisador de metal de transição pré-formado usado no método é de 0,3 a 50 micromolar. O catalisador de metal de transição pré-formado pode ser adicionado em uma batelada, múltiplas adições, ou com um fluxo contínuo. O uso de um fluxo contínuo é particularmente aplicável aos processos contínuos.

Tensoativo

É preferível que o método de alveamento, em particular usado para o tratamento de algodão, seja conduzido na presença de um tensoativo. O uso de tensoativos, por exemplo, ajuda a remover os materiais cerosos encontrados no algodão. Para os substratos que se originam da polpa de madeira, os substratos hidrofóbicos não são encontrados e, portanto, a necessidade de tensoativos no processo de tratamento não é tão preferida. Sob esse aspecto, é preferível que um tensoativo esteja presente na faixa de 0,1 a 20 g/L, preferivelmente de 0,5 a 10 g/l. É preferível que o tensoativo seja um tensoativo não iônico e mais preferivelmente biodegradável.

Pré-tratamento

A etapa de pré-tratamento não é essencial dependendo da condição do substrato a ser branqueado. Dependendo da qualidade, por exemplo, do algodão em estado natural usado e da qualidade do algodão branqueado requerido. Uma pessoa versada na técnica será capaz de determinar a necessidade das etapas de pré-tratamento para reduzir na seguinte etapa de alveamento as quantidades de produtos químicos para atingir a brancura e qualidade desejadas.

É preferível que após o pré-tratamento, ácido ou básico, o substrato seja lavado com água limpa. A água é preferivelmente desmineralizada ou contém uma pequena quantidade de sequestrante.

O pré-tratamento pode ser aquele de uma etapa de pré-tratamento básica ou ácida. É preferível que a etapa de pré-tratamento seja básica.

Quando as bateladas de algodão em estado natural particularmente fracas forem aplicadas (ambas com uma brancura (abaixo de 12 unidades Berger) ou aparência (muitas cascas, aparência gordurosa)), a pessoa versada deve reconhecer a necessidade de pré-tratar este material de algodão usando um processo de pré-tratamento ácido ou alcalino.

O alvejamento é executado pela saturação da fibra de algodão com uma solução de soda cáustica (hidróxido de sódio). A solução alcalina é deixada permanecer sobre a fibra em temperaturas elevadas para apressar as reações químicas. Durante este tempo os óleos e ceras naturais são saponificadas (convertidas em sabões), a matéria de planta é amaciada, as pectinas e outros materiais não celulósicos são colocados em suspensão de modo que eles possam ser lavados à distância. Após uma quantidade predeterminada de tempo para levar em conta o alvejamento completo, o álcali, ceras saponificadas e materiais colocados em suspensão são enxaguados à distância com água.

O pré-tratamento pode ser básico ou ácido como descrito abaixo.

a) Pré-tratamento Básico

Este tratamento consiste de pré-tratamento do substrato com uma solução aquosa básica. Preferivelmente a solução aquosa é aquela de um hidróxido de metal alcalino ou terroso alcalino. Os hidróxidos preferidos são aqueles de hidróxido de sódio e potássio; aquele de hidróxido de sódio é o mais preferido.

Preferivelmente a solução aquosa básica possui um pH na faixa de 9 a 13, preferivelmente entre 10 e 12. É preferível que o pré-tratamento básico compreenda um tensoativo. Sob esse aspecto, é preferível que um tensoativo esteja presente na faixa de 0,1 a 20 g/L, preferivelmente de 0,5 a 10 g/l, na solução aquosa básica. É preferível que o tensoativo seja um tensoativo não iônico e mais preferivelmente biodegradável.

A solução aquosa básica usada na etapa de pré-tratamento pode opcionalmente compreender um sequestrante.

b) Pré-tratamento Ácido

Este tratamento consiste de pré-tratamento do substrato com uma solução aquosa ácida. Preferivelmente a solução aquosa ácida é aquela

de ácido sulfúrico ou clorídrico. Preferivelmente a solução aquosa ácida possui um pH na faixa de 2 a 6, preferivelmente entre 2 e 5. É preferível que o pré-tratamento ácido compreenda um tensoativo.

5 Sob esse aspecto, é preferível que um tensoativo esteja presente na faixa de 0,1 a 20 g/L, preferivelmente de 0,5 a 10 g/l, na solução aquosa básica. É preferível que o tensoativo seja um tensoativo não iônico e mais preferivelmente biodegradável.

10 É preferível que a solução aquosa ácida também compreenda um sequestrante de metal de transição. O sequestrante pode ser aquele de um sequestrante de aminocarboxilato, EDDS, aquele vendido sob o nome Dequest™. Preferivelmente o sequestrante usado é um oxalato, preferivelmente aplicado como ácido oxálico. O sequestrante usado na solução aquosa ácida está preferivelmente na faixa entre 0,5 e 5 g/l.

Experimental

15 O algodão em estado natural com um valor de brancura Berger de $5,5 \pm 1,0$ foi tratado como se segue: 2 gramas do algodão foi imerso em recipientes pequenos com uma solução de 20 ml (relação de tecido/substância líquida de 1/10) contendo 30 microM de $[\text{Mn}_2\text{O}_3(\text{Me}_3\text{-TACN})_2] (\text{PF}_6)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$, 2,3 % H_2O_2 (iguais a 6,66 ml (35 %)/l; p/p com respeito ao algodão), 0,4 g/l de H5-DTPA (da Akzo-Nobel; nome comercial Dissolvine D50; a pureza é de 20 50 %), 2,25 g/l de Na-bórax (Merck; 99 % decaidrato tetraborato de di-sódio (381,37 g/mol)); valor do pH ajustado para o nível desejado, 1 g/l Sandoclean PCJ (da Clariant).

25 Similarmente, experiências foram feitas usando tamponante de carbonato (5 g/l de carbonato de sódio; mw = 106). A ordem de adição dos produtos químicos foi: água – tampão – Sandoclean – DTPA – peróxido de hidrogênio – $[\text{Mn}_2\text{O}_3 (\text{Me}_3\text{-TACN})_2] (\text{PF}_6)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$.

As misturas foram aquecida em 65 °C e continuamente agitadas. Cada experiência foi repetida 3 vezes. Mais tarde as amostras de

algodão foram enxaguadas com 2 a 3 litros de água desmineralizada quente (80 °C), depois lavadas com quantidades copiosas de água desmineralizada e depois secadas em um secador de rotação (3 minutos) e secadas durante a noite sob condições ambientais. Os tecidos foram depois medidos usando um espectrofotômetro Minolta CM-3700d, usando os valores L, a, b que são convertidos em valores de brancura Berger.

Os níveis de catalisador, borato ou pH foram ajustados nos níveis desejados em cada experiência. Outras experiências foram conduzidas usando tamponante de carbonato (5 g/l de Na_2CO_3).

Os valores da brancura são expressos em unidades Berger. A fórmula de brancura Berger é dada abaixo:

$$W_{\text{berger}} = Y + a.z - b.X, \text{ onde } a = 3,448 \text{ e } b = 3,904.$$

Os valores X, Y, Z são as coordenadas do ponto acromático.

Brancura elevada foi alcançada por primeiro pré-tratar o algodão em 60 °C durante 30 min (relação de tecido/substância líquida de 1/10). Três diferentes métodos de pré-tratamento foram usados como detalhados abaixo.

1. Pré-tratamento com 1 g/l de DTPA, 0,5 g/l de Sandoclean PCJ e 3 g/l ácido oxálico em um pH de 2,2 fornece Wb 21.

2. Pré-tratamento com 1 g/l de DTPA, 0,5 g/l de Sandoclean PCJ em um pH 11 fornece Wb 25.

3. Pré-tratamento com 0,5 g/l de Sandoclean PCJ em um pH 11 fornece Wb 25.

Após o pré-tratamento o algodão foi enxaguado 4 vezes com água desmineralizada e depois secada por rotação durante 3 minutos em secador de rotação, depois disso os tecidos são secados durante a noite em temperatura ambiente.

Após o pré-tratamento as amostras de algodão foram enxaguadas com 2 a 3 litros de água desmineralizada quente (80 °C), depois

lavadas com quantidades copiosas de água desmineralizada e depois secadas em um secador de rotação (3 minutos) e secadas durante a noite sob condições ambientais.

Série de experiência 1

5 A Tabela 1 mostra os resultados de alvejamento obtidos usando algodão pré-tratado (procedimento de pré-tratamento: 60 °C /30 min, pH 11, usando 1 g/l de DTPA, 0,5 g/l de Sandclean PCJ (da Clariant)), que é depois branqueado durante 60 minutos a 65 °C mediante o uso de 0,2 g/l de DTPA, 2 g/l de Sandoclean PCJ (da Clariant), 2,25 g/l de Na-bórax (pH
10 variável), 2,3 % H₂O₂ (p/p com respeito ao algodão) e 30 µM de [Mn₂O₃ (Me₃-TACN)₂] (PF₆)₂. H₂O.

Tabela 1: Resultados da brancura (Berger) obtidos usando [Mn₂O₃ (Me₃-TACN)₂] (PF₆)₂. H₂O em tampão de borato com DTPA.

pH	Wb	SD
9	64,3	0,0
9,25	66,9	0,9
9,5	68,6	0,9
9,75	69,3	0,3
10	69,3	0,6
10,25	68,9	1,6
10,5	67,2	1,6

Os resultados mostrados na Tabela 1 indicam que a faixa de
15 pH ideal usando tampão de borato será obtida entre o pH 9,5 e 10.

SD = Desvio Padrão

Série de experiência 2

A Tabela 2 mostra os resultados de alvejamento obtidos usando algodão pré-tratado (brancura 5 Berger) que foi depois branqueado
20 durante 60 minutos a 65 °C mediante o uso de 0,2 g/l de DTPA, 1 g/l de Sandoclean PCJ (da Clariant), 5 g/l de Na-carbonato (pH variável), 2,3 % H₂O₂ (p/p com respeito ao algodão) e 20 µM de [Mn₂O₃ (Me₃-TACN)₂] (PF₆)₂. H₂O.

Tabela 2: Resultados da brancura (Berger) obtidos usando

$[\text{Mn}_2\text{O}_3 (\text{Me}_3\text{-TACN})_2] (\text{PF}_6)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ em tampão de carbonato com DTPA.

pH inicial	Wb	SD
7,07	52,2	0,7
7,47	52,4	0,1
7,95	54,3	0,5
8,5	54,4	0,7
8,96	54,4	0,1
9,53	52,1	1,0
9,76	48,1	1,8
10,06	47,3	0,4
10,27	47,1	0,5
10,56	47,3	0,2
10,72	45,5	0,1
10,98	46,0	0,6
11,55	39,3	0,4

Os resultados mostrados na Tabela 2 indicam que a faixa de pH ideal usando tampão de carbonato será obtida entre o pH 8 e 9.

Série de experiência 3

- 5 A Tabela 3 mostra os resultados de alvejamento obtidos usando algodão pré-tratado (procedimento de pré-tratamento: 60 °C /30 min, pH 11, usando 1 g/l de DTPA, 0,5 g/l de Sandclean PCJ (da Clariant)), que é depois branqueado durante 60 minutos a 65 °C mediante o uso de 0,2 g/l de cada sequestrante, 2 g/l de Sandoclean, 4,7 g/l de Na-bórax (pH 9,75), 2,3 %
- 10 H_2O_2 (p/p com respeito ao algodão) e 30 μM de $[\text{Mn}_2\text{O}_3 (\text{Me}_3\text{-TACN})_2] (\text{PF}_6)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$.

Tabela 3: Resultados da brancura (Berger) obtidos usando $[\text{Mn}_2\text{O}_3 (\text{Me}_3\text{-TACN})_2] (\text{PF}_6)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ em tampão de borato com diferentes sequestrantes.

Sequestrante	Wb	SD
EDDS	45,5	0,5
Dequest 2047	50,9	0,1
Dequest 2066	57,8	0,4
MgSO ₄ + DTPA	65,8	0,2
DTPA	67,5	1,0

Os resultados mostrados na Tabela 3 mostram que o melhor

sequestrante identificado é DTPA.

Série de experiência 4

A Tabela 4 mostra os resultados de alvejamento obtidos usando algodão pré-tratado (brancura 5 Berger) que foi branqueado durante 60 minutos a 70 °C mediante o uso de 0, 0,1 ou 0,2 g/l de DTPA, 1 g/l de Sandoclean PCJ (da Clariant), 4,7 g/l de Na-bórax (pH 9,75 e 10,0), 2,3 % H₂O₂ (p/p com respeito ao algodão) e 20 µM de [Mn₂O₃ (Me₃-TACN)₂] (PF₆)₂. H₂O.

Tabela 4: Resultados da brancura (Berger) obtidos usando [Mn₂O₃ (Me₃-TACN)₂] (PF₆)₂. H₂O em tampão de borato com 0, 0,1 ou 0,2 g/l de DTPA.

T 70 °C	pH 9,75		pH 10	
	WB	SD	WB	SD
Sem DTPA	42,8	0,8		
0,1 g/l de DTPA	54,0	0,9	48,6	1,4
0,2 g/l de DTPA	55,0		54,1	1,0

Os resultados mostrados na Tabela 4 mostram que a presença de níveis anteriormente baixos de DTPA melhora o desempenho de alvejamento quando comparado com a referência que não contém DTPA.

REIVINDICAÇÕES

1. Método para o alvejamento industrial de um substrato, o método caracterizado pelo fato de que compreende submeter o substrato em um meio aquoso, o meio aquoso compreendendo:

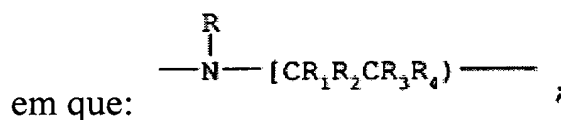
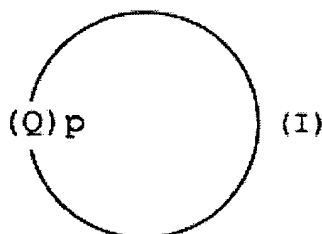
5 de 0,1 a 100 micromolar de um catalisador de metal de transição pré-formado; e

de 0,01 a 10 g/l de um sequestrante de aminocarboxilato ou seu sal de metal álcali/alcalino; e,

de 5 a 1500 mM de peróxido de hidrogênio,

10 em que o meio aquoso é tamponado com um tampão selecionado do grupo consistindo de um tampão de carbonato tendo um pH na faixa de 7,5 a 9,5 e um tampão de borato tendo um pH na faixa de 9 a 10,3 e em que o sal de catalisador de metal de transição pré-formado é um complexo mononuclear ou dinuclear de um catalisador de metal de transição Mn II-V, o

15 ligando do catalisador de metal de transição de fórmula (I):



P é 3;

R é independentemente selecionado de: hidrogênio, alquila C1-C6, C2OH, C1COOH, e piridin-2-ilmetila ou um de R é ligado ao N de um outro Q através de uma ponte de etileno;

20 R1, R2, R3 e R4 são independentemente selecionados de: H, alquila C1-C4 e alquilidróxi C1-C4.

2. Método de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que R é independentemente selecionado de: hidrogênio, CH3, C2H5,

CH₂CH₂OH e CH₂COOH.

3. Método de acordo com a reivindicação 1 ou 2, caracterizado pelo fato de que R, R₁, R₂, R₃ e R₄ são independentemente selecionados de: H e Me.

5 4. Método de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o catalisador é derivado de um ligando selecionado do grupo consistindo de 1,4,7-trimetil-1,4,7-triazaciclononano (Me₃-TACN) e 1,2-bis-(4,7-dimetil-1,4,7-triazaciclonon-1-il)-etano (Me₄-DTNE).

10 5. Método de acordo com qualquer reivindicação precedente, caracterizado pelo fato de que o sal de catalisador de metal de transição pré-formado possui uma solubilidade em água de pelo menos 50 g/l a 20 °C.

6. Método de acordo com a reivindicação 5, caracterizado pelo fato de que o sal é aquele selecionado do grupo consistindo de cloreto, acetato, sulfato e nitrato.

15 7. Método de acordo com qualquer reivindicação precedente, caracterizado pelo fato de que o sequestrante de aminocarboxilato é selecionado do grupo consistindo de: ácido etilenodiaminatetraacético (EDTA), ácido N-hidroxietilenodiaminatetraacético (HEDTA), ácido nitrilotriacético (NTA), ácido N-hidroxietilaminodiacético, ácido
20 dietilenotriaminapentaacético (DTPA), ácido metilglicinadiacético (MGDA), e ácido alanina-N,N-diacético.

8. Método de acordo com qualquer reivindicação precedente, caracterizado pelo fato de que o meio aquoso compreende entre 0,1 a 20 g/l de tensoativo não iônico.

25 9. Método de acordo com qualquer reivindicação precedente, caracterizado pelo fato de que o substrato foi submetido a uma etapa de pré-tratamento selecionada do grupo consistindo de

a) tratamento com uma solução aquosa básica, a solução aquosa básica tendo um pH na faixa de 9 a 13 e b) tratamento com uma

solução aquosa ácida, a solução aquosa ácida tendo um pH na faixa de 2 a 6.

10. Método de acordo com a reivindicação 9, caracterizado pelo fato de que a solução aquosa básica ou a solução aquosa ácida compreende um tensoativo, o tensoativo presente na faixa de 0,1 a 20 g/l.

5

11. Método de acordo com a reivindicação 10, caracterizado pelo fato de que o tensoativo é um tensoativo não iônico.

12. Método de acordo com qualquer reivindicação precedente, caracterizado pelo fato de que o método é um processo contínuo e a concentração de peróxido de hidrogênio está na faixa de 100 mM a 1,5 M.

RESUMO

“MÉTODO PARA O ALVEJAMENTO INDUSTRIAL DE UM
SUBSTRATO”

5 A presente invenção diz respeito ao alvejamento de substratos
com uma solução aquosa de um sal solúvel em água de um catalisador de
metal de transição pré-formado juntamente com peróxido hidrogênio.