

DESCRIÇÃO
DA
PATENTE DE INVENÇÃO

N.º 96 485

REQUERENTE: S.B.CHEMICALS LIMITED, britânica, com sede em Blaris Industrial Estate, Altona Road, Lisburn, Co. Antrim BT27 5QB, Northern Ireland, Reino Unido

EPÍGRAFE: "Processo de produção de um sistema de gel estabilizado à base de um hidrossol de ácido silícico e de composição detergente"

INVENTORES: Sean Geoffrey Hall e John Thomas McCullins

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

Reino Unido, em 15 de Janeiro de 1990 sob o nº 9000833.5
e em 12 de Novembro de 1990 sob o nº 9024563.0

PATENTE Nº 96 485

"Processo de produção de um sistema de gel estabilizado à base de um hidrossol de ácido silícico e de composição detergente"

para que

S.B.CHEMICALS LIMITED, pretende obter privilégio de invenção em Portugal.

R E S U M O

O presente invento refere-se ao processo de produção de um sistema de gel estabilizado destinado ao suporte de matéria em particulas finamente divididas em suspensão, caracterizado por compreender a neutralização de uma solução de um silicato de metal alcalino a um pH na gama de cerca de 1,0 a cerca de 7,0 em presença de um agente tensioactivo de modo a produzir um hidrossol de ácido silícico estabilizado por aprisionamento com micelas de agente tensioactivo. O sistema de gel estabilizado obtido é usado como base na preparação de uma composição detergente adjuvada, líquida ou na preparação de um abrasivo.

DESCRICÃO

O presente invento refere-se ao processo de produção de um sistema de gel estabilizado, destinado ao suporte de matéria em partículas finamente divididas em suspensão, de composições detergentes e de preparações abrasivas com base nesse sistema de gel estabilizado.

Em anos recentes, principalmente por razões de economia de produção, os detergentes adjuvados líquidos, de acção enérgica, abriram caminho no mercado dos pós de lavagem secos por pulverização, o que teve como consequência o desenvolvimento de muito trabalho no campo da física e da química da formulação do produto.

Cada tipo de preparação contém os mesmos ingredientes básicos e em ambos os casos foi necessário incorporar materiais que podem apenas ser encarados como diluentes inertes dos compostos activos na formulação. No caso das preparações sólidas, os diluentes têm sido os sulfatos de metais alcalinos enquanto que no caso das líquidas, o diluente tem sido simplesmente água.

Aqui reside o problema no caso dos detergentes adjuvados de acção enérgica uma vez que a eficiência desejada numa máquina de lavar requer a presença de percentagens elevadas de materiais alcalinos (adjuvantes), juntamente com percentagens de agentes surfactantes compreendidas na região de 9% a 20% (ingredientes activos). A estas concentrações as associações químicas são incompatíveis no que respeita à homogeneidade do produto. Estes ingredientes tensio-activos incluem normalmente um surfactante aniónico ou "tenside" e podem ainda incluir um ou mais surfactantes não iónicos. Exemplos de surfactantes aniónicos incluem os sais de sódio de ácidos alquilbenzeno-sulfónicos e de ácidos alquil-sulfónicos. Como exemplos de surfactantes não iónicos podem mencionar-se os éteres óxido polialquileno de álcoois alquílicos ou de alquilfenóis, bem como as monoetanolamidas de ácidos gordos, tais como a monoetanolamida de ácido gordo de coco.

Verifica-se portanto que os detergentes de acção enérgica



para lavagem de roupa, convencionais, são compostos por duas fases físicas e consistem essencialmente em soluções saturadas dos adjuvantes, com o excesso de partículas de adjuvantes presentes na massa líquida como uma dispersão, e numa solução aquosa de micelas de surfactante algumas das quais foram separadas por salagem pela acção electrolítica da solução saturada dos adjuvantes.

Uma mistura complexa de materiais, deste tipo com as suas próprias interacções e incompatibilidades coloca um problema ao formulador do detergente.

Para produzir um produto suave, fluido e homogéneo a lançar no mercado, foi desenvolvida uma grande quantidade de trabalho experimental em laboratórios de todo o mundo e alguns dos ensinamentos relevantes podem ser encontrados, por exemplo, nas patentes US-A 3351557, US-A 3574122, CA-A 917631, GB-A 948617 e GB-A 2153839. Pode, também, fazer-se referência a GB-B 2123846, EP-B 086614, EP-B 0170091, EP-B 0151884, GB-B 2153360, EP-A 0295021. Em todos os casos o objectivo foi a produção de qualquer espécie de sistema líquido estruturado que possa suportar o excesso de partículas inorgânicas de adjuvante numa suspensão tixotrópica. Isto foi conseguido de várias formas tais como por uma técnica de emulsão, por micronização ou por moagem num moinho de bolas. Tipicamente, uma composição detergente adjuvada, líquida, convencional, deste tipo, possui uma vida em armazenamento de pelo menos vários meses. No entanto, por centrifugação a 800 g durante 17 horas, a 25°C, estas composições separam-se normalmente em duas ou mais fases. Apesar de estas composições possuírem boas propriedades de armazenamento, seria desejável proporcionar composições detergentes adjuvadas, líquidas, com características de armazenamento ainda melhores.

É evidente que nestes sistemas adjuvados, de acção enérgica, os adjuvantes e os surfactantes interactuam fisicamente, de tal forma que cada um se encontra acima da sua solubilidade em água.

No caso dos adjuvantes, o sistema encontra-se saturado em relação aos sais solúveis e o excesso deve ser mantido de forma



homogénea em suspensão estável, enquanto no caso dos surfactantes as micelas de "tenside" são forçadas a sofrer contracção de uma conformação linear para molhos aglomerados ou, no limite, a sofrer separação por salagem da solução, como hidratos de surfactante de força elevada. Na globalidade, portanto, as fases separadas encontram-se em equilíbrio com as suas próprias porções, no sistema aquoso contínuo. Normalmente, aquando da separação, por salagem os surfactantes aniónicos originam a formação de hidratos sólidos. A presença desses hidratos sólidos de surfactantes aniónicos, pode originar a formação de uma composição na qual a presença de esferolites de hidrato de surfactante pode ser detectada, ou em que a composição contém o surfactante na forma de um cristal líquido em lamelas, ou de hidrato sólido entremeado com uma fase aquosa contendo electrólito dissolvido. Por outro lado, os surfactantes não iónicos, geralmente não formam hidratos, apesar de poderem ser separados por salagem devido à presença de concentrações elevadas de electrólito dissolvido.

Há, portanto, necessidade na arte de ser proporcionado um sistema melhorado para suportar matéria em partículas, finamente divididas, tal como adjuvantes ou abrasivos, em suspensão. Existe, também, necessidade de uma formulação detergente adjuvada, líquida, melhorada que seja estável em condições normais de armazenamento durante períodos de tempo prolongados. Há, também, necessidade na arte de proporcionar uma composição detergente adjuvada, líquida, e um processo para a sua preparação, composição essa em que estejam substancialmente ultrapassados os problemas anteriormente existentes na arte.

O presente invento pretende assim proporcionar uma composição detergente adjuvada, líquida, e um processo para a sua preparação, em que os problemas encontrados na arte anterior estejam substancialmente ultrapassados. O invento pretende, também, proporcionar um sistema melhorado para suportar matéria em partículas finamente divididas, em suspensão.

De acordo com o presente invento, é proporcionado um



processo para a preparação de um sistema de gel estabilizado, destinado ao suporte de matéria em partículas finamente divididas, em suspensão, compreendendo um hidrossol de ácido silícico estabilizado por aprisionamento com micelas de um "tenside". Preferivelmente o "tenside" contém um ou mais grupos ácido sulfônico ou sulfonato. Esse sistema de gel estabilizado pode ser produzido convenientemente neutralizando, pelo menos parcialmente, uma solução de silicato de sódio com um "tenside", contendo um ou mais grupos ácido sulfônico. Esse sistema de gel estabilizado tem normalmente carácter ácido ou aproximadamente neutro. Tipicamente, o pH de um sistema de suporte, líquido, de acordo com o invento, situa-se na gama de cerca de 10 a cerca de 9,0. Normalmente, o sistema possuirá um pH de não mais do que cerca de 8,0, por exemplo, na gama de cerca de 4,0 a cerca de 7,5.

Segundo outro aspecto do invento é proporcionada uma composição detergente adjuvada, líquida, compreendendo um hidrossol de ácido silícico estabilizado por aprisionamento com micelas de um "tenside" contendo um ou mais grupos ácido sulfônico ou sulfonato.

De acordo com o processo do presente invento é também proporcionada uma preparação abrasiva compreendendo um hidrossol de ácido silícico estabilizado por aprisionamento com micelas de um "tenside" nas quais se encontram dispersas partículas finamente divididas de um material abrasivo. Preferivelmente, o "tenside" nessa preparação abrasiva contém um ou mais grupos ácido sulfônico ou sulfonato. Essa composição abrasiva pode ser formulada como produto para limpeza de fornos, por exemplo, ou como produto de limpeza para superfícies duras.

É ainda proposto, de acordo com um outro aspecto do invento, um processo para a produção de um sistema de gel estabilizado, destinado ao suporte de matéria em partículas finamente divididas, em suspensão, processo esse caracterizado por compreender a neutralização de uma solução de silicato de metal alcalino a um pH compreendido no intervalo de cerca de 1,0 a



cerca de 7,0, na presença de um "tenside", com produção de um hidrossol de ácido silícico estabilizado por aprisionamento com micelas de "tenside".

A neutralização pode ser efectuada por adição de um ácido a uma solução de silicato de metal alcalino, que contenha pelo menos um surfactante. O ácido pode ser seleccionado de entre ácido clorídrico, ácido sulfúrico, ácido sulfâmico, ácido fosfórico, ácido fórmico, ácido acético, ácido cítrico e misturas de dois ou mais destes. Em alternativa, a neutralização pode ser efectuada por titulação da solução de silicato de metal alcalino com um "tenside" contendo um ou mais grupos ácido sulfónico.

Segundo outro processo de preparação de um sistema de gel estabilizado, de acordo com o invento, é produzida uma solução possuindo um pH de não mais de 7,0 por dissolução num meio aquoso de um "tenside" contendo um ou mais grupos ácido sulfónico e um tripolifosfato de metal alcalino, adicionando-se, seguidamente, uma solução de um silicato de metal alcalino.

O invento proporciona ainda um processo para a produção de uma composição detergente adjuvada, líquida, caracterizado por compreender a neutralização de uma solução de um silicato de metal alcalino, tal como o silicato de sódio, até um pH na gama de cerca de 1,0 a cerca de 7,0, por titulação com um "tenside" contendo um ou mais grupos ácido sulfónico.

O invento refere-se ainda a um processo para a produção de um detergente adjuvado, líquido, caracterizado por compreender a neutralização duma solução dum silicato de metal alcalino até um pH na gama de cerca de 1,0 a cerca de 7,0, na presença de um "tenside", para produzir um hidrossol de ácido silícico estabilizado por aprisionamento com micelas de "tenside" e, antes ou depois, do processo de neutralização, a incorporação de um adjuvante na composição. Neste processo, a neutralização pode ser efectuada por adição de um ácido a uma solução de um silicato de metal alcalino, que contenha também, pelo menos um surfactante e a que se adiciona, posteriormente, o adjuvante. Em alternativa, a neutralização pode ser efectuada por titulação da solução de



silicato de metal alcalino, com um "tenside" contendo um ou mais grupos ácido sulfónico.

Segundo outro aspecto do mesmo processo, produz-se uma solução possuindo um pH de não mais de 7,0, por dissolução num meio aquoso de um "tenside" contendo um ou mais grupos ácido sulfónico e um tripolifosfato de um metal alcalino, seguida de adição de um silicato de metal alcalino.

Na tecnologia dos detergentes, da arte anterior, não existem tanto quanto se tem conhecimento, quaisquer exemplos descritos, nos quais tenha sido produzido um sistema de gel fluido, à base de silicatos, por uma reacção química. A razão disto pode residir no facto de que a teoria química não indica que esses sistemas de gel ou coloidais sejam possíveis por esta via. No entanto, de acordo com o presente invento, é possível produzir um gel fluido ou um sistema coloidal viscoso, muito estável, pela interacção química de um surfactante aniónico com um constituinte silicato de metal alcalino do sistema adjuvante.

De entre os efeitos conhecidos dos ácidos sobre soluções de silicatos de metais alcalinos, sabe-se que:

(1) Quando um ácido forte é adicionado a uma solução de silicato de sódio forma-se um precipitado de ácido silícico que se separa como uma massa gelatinosa (hidrogel), permanecendo, no entanto, uma porção retida em solução coloidal (hidrossol). É possível dialisar o hidrossol, mas uma solução de sílica coloidal a 5% é aproximadamente a concentração máxima que é possível obter.

(2) A passagem de ácido silícico da condição sol para a condição gel, é retardada pela presença de pequenas quantidades de ácido ou hidróxido, mas é muito acelerada pela adição de carbonato de sódio ou de um fosfato; de facto, a adição de um destes últimos compostos conduz invariavelmente a coagulação rápida.

(3) Quando o valor do pH de uma solução de silicato de sódio é reduzido do seu valor normal, que está tipicamente na gama de cerca de 11,0 a cerca de 13,0, para um valor compreendido entre cerca de 8,0 a cerca de 9,0, pelo uso de hidrogenocarbonato de



sódio, o hidrossol produzido é estável durante algumas horas, antes de ocorrer a coagulação e como tal é utilizado no tratamento de águas e de efluentes como "sílica activada".

No novo processo de química dos silicatos, que constitui a base do presente invento, podem referir-se os seguintes resultados inesperados:

(4) Quando uma solução forte de silicato de sódio, por exemplo produzida por algumas diluições do composto de grau 47%, conhecido como CRYSTAL 120 H, é titulada com um detergente aniônico, na forma ácido sulfônico livre, até um valor de pH na gama de cerca de 1,0 a cerca de 8,0, produz-se um gel suave que pode ser diluído com água para formar um xarope estável sem precipitados.

(5) Quando uma solução de metassilicato de sódio a 5% ou de um vidro solúvel de silicato de sódio é titulada até pH 7,0 com uma solução a 10% p/p de ácido dodecil-benzeno-sulfônico, produz-se um xarope transparente que é estável durante períodos de tempo prolongados e que não precipita ou coagula por adição de uma solução de carbonato de metal alcalino, de um fosfato ou de um polifosfato.

(6) Quando um cloreto de amónio quaternário (CAQ), tal como cloreto de benzalcónio, é adicionado a uma solução de silicato de sódio e o valor de pH é reduzido para 7,0 - 8,0, produz-se um xarope transparente que é estável e não precipita ácido silícico, mesmo apesar de se usar um ácido mineral, tal como ácido clorídrico, para neutralizar a solução de silicato. Esse xarope pode ser usado como sistema de gel estabilizado para o suporte, por exemplo, de partículas abrasivas, para formar uma preparação abrasiva, tal como um produto para limpeza de fornos.

(7) Obtiveram-se resultados semelhantes aos sumarizados em (6), acima, quando uma solução de silicato de sódio contendo um surfactante não iónico, por exemplo Synperonic A7 R, foi titulada a pH 7,0 - 8,0 usando ácido clorídrico. Da mesma forma, o xarope resultante pode ser usado como sistema de gel estabilizado para suspensão de matéria em partículas finamente divididas, tais como



partículas abrasivas ou partículas adjuvantes.

A partir deste trabalho pode verificar-se que é possível interferir com as reacções normais hidrossol-hidrogel das soluções acidificadas de silicato de sódio, como descrito, acima, em (1) e forçar assim a separação de ácido silícico num aprisionamento físico, com as micelas de "tenside" de forma a atingir a estabilidade mútua em relação à sílica coloidal e às porções surfactante.

Em particular, pode ser verificado que não é possível precipitar hidrogéis de ácido silícico quando o silicato de sódio é decomposto, mesmo a pH 1,0, por detergentes ácido sulfónico. Este resultado não é quimicamente previsível. Os xaropes coloidais, viscosos, fluidos, resultantes, são meios excelentes para unir as fases separadas dos detergentes líquidos, de acção enérgica, para lavagem de roupa. Durante a preparação destes líquidos não é necessária grande atenção em relação à ordem em que são adicionados os ingredientes de uma formulação detergente líquida, de acordo com o processo do presente invento, desde que o silicato de sódio na solução aquosa seja primeiramente neutralizado, ou parcialmente neutralizado, pelo "tenside" ácido, ou ácidos sulfónicos da formulação ou por neutralização ou neutralização parcial com ácidos não "tenside" na presença de "tensides" ou surfactantes.

Apesar de um surfactante aniónico na forma ácido sulfónico livre, tal como ácido dodecil-benzeno-sulfónico, ser um ácido forte, não é produzido um precipitado gelatinoso de ácido silícico, isto é um hidrogel, quando o ácido é usado para neutralizar uma solução de silicato de sódio. Em vez disso, produz-se uma solução viscosa, isto é um hidrossol. Este resultado é consistente com a teoria de que um sistema de gel estabilizado, de acordo com o presente invento, compreende um hidrossol de ácido silícico estabilizado por aprisionamento com micelas de um "tenside". A evidência adicional para esta estrutura é proporcionada por estudos de microscopia electrónica numa composição detergente, adjuvada, líquida, preparada a partir de um sistema



de gel estabilizado de acordo com o invento. Esses estudos indicam que o detergente adjuvado, líquido, continha uma estrutura granular largamente incomum, com cristais de adjuvante distribuídos de forma aparentemente aleatória. Em particular, esses estudos de microscopia eletrônica não revelaram quaisquer sinais de esferulites nem de qualquer estrutura lamelar. Consequentemente, não havia qualquer evidência de que qualquer porção do surfactante estivesse presente como cristal líquido lamelar ou hidrato sólido. Assim, não parecia haver qualquer separação por salagem do surfactante aniônico (isto é sal de sódio do ácido dodecil-benzeno-sulfônico), apesar da presença de grandes quantidades de adjuvante (isto é tripolifosfato de sódio), em excesso relativamente ao seu limite de solubilidade. Estes factos contrastam com os resultados relatados na EP-B-0086614 e na GB-B-2123846, em que era evidente a existência de uma estrutura vesicular, esferulítica ou lamelar, numa composição detergente adjuvada, líquida, contendo quantidades comparáveis de adjuvante e de surfactante aniônico adicionado como um sal de sódio.

Exemplos de surfactantes aniônicos que podem ser utilizados no presente invento incluem ácidos alquil-benzeno-sulfônicos, em que o grupo alquilo contém de cerca de 6 a cerca de 20 átomos de carbono, por exemplo de 10 a 14 átomos de carbono, ácidos alquil-sulfônicos contendo de cerca de 10 a cerca de 26 átomos de carbono, por exemplo de 10 a 14 átomos de carbono e ácidos alfa-olefina-sulfônicos obtidos por sulfonação de uma alfa-olefina contendo, por exemplo de cerca de 10 a cerca de 22 átomos de carbono, tal como uma olefina C₁₆ a C₁₈, ou uma mistura que a contenha. Além de um surfactante contendo um grupo ácido sulfônico pode, também, estar presente um álcool gordo sulfatado ou um seu sal de sódio; os alcoóis gordos sulfatados típicos, incluem os que contêm de cerca de 10 a cerca de 26 átomos de carbono, por exemplo, uma mistura de alcoóis gordos sulfatados contendo alcoóis gordos C₁₀, C₁₂, C₁₄, C₁₆ e C₁₈. Um exemplo típico dessas misturas de alcoóis gordos é uma mistura contendo alcoóis nas seguintes proporções: C₁₀ 3,0%, C₁₂ 57,0%, C₁₄ 20,0%, C₁₆ 9,0% e C₁₈ 11,0%.



Tipicamente, uma composição detergente líquida adjuvada, de acordo com o invento contém de cerca de 2% p/p a cerca de 30% p/p do surfactante aniônico (calculado como ácido sulfônico), com base no peso total da composição.

A composição de acordo com o processo do invento pode ainda incluir um ou mais surfactantes não iônicos. Os surfactantes não iônicos típicos incluem monoetanolamidas de ácidos gordos, tais como monoetanolamida de ácido gordo de coco, sendo uma formulação típica constituída por uma mistura de monoetanolamidas de ácidos gordos, como se segue: C₆ 0,5%, C₈ 6,5%, C₁₀ 6,0%, C₁₂ 49,5%, C₁₄ 19,5%, C₁₆ 8,5%, C₁₈ (esteárico) 2,0%, C₁₈ (oleico) 6,0% e C₁₈ (linoleico) 1,5%. Outros surfactantes não iônicos adequados incluem éteres polioxialquilenos de alcanóis, tipicamente éteres polioxietileno de alcanóis contendo de cerca de 6 a cerca de 20 grupos óxido de etileno e com base em alcanóis contendo de cerca de 6 a cerca de 26 átomos de carbono. Esses alcanóis e misturas de alcanóis podem ser produzidos por hidrogenação de ésteres metílicos, produzidos por transesterificação de óleos vegetais de ocorrência natural, tais como óleo de coco, óleo de girassol, óleo de palma, óleo de colza e semelhantes, ou de gorduras animais, tais como sebo ou banha. Um éter polioxietileno de álcool típico, é baseado em álcool laurílico condensado com aproximadamente 8 moles de óxido de etileno.

Tipicamente, a concentração de surfactante não iônico, se presente na composição detergente adjuvada, líquida, varia de cerca de 0,5% p/p até cerca de 30% p/p, com base no peso total da composição.

Outros ingredientes que podem ser incluídos na composição detergente adjuvada, líquida, de acordo com o processo do invento, incluem conservantes, branqueadores ópticos, branqueadores, fragrâncias, zeólitos, supressores de espuma, intensificadores de espuma e/ou estabilizantes, sabões, corantes, tampões, agentes inibidores de corrosão, ativadores de branqueamento, enzimas, humectantes, estabilizadores de enzimas e semelhantes. Esses ingredientes menores não constituem usualmente mais do que cerca



de 5% p/p cada, da composição total, frequentemente menos do que cerca de 1% p/p cada, da composição total e mais usualmente não constituem em conjunto mais do que cerca de 5% p/p, com base no peso total da composição.

Como exemplo de adjuvante pode mencionar-se em particular o tripolifosfato de sódio. Em alternativa pode utilizar-se o tripolifosfato de potássio. Os pirofosfatos, metafosfatos, ortofosfatos, tetrafosfato, fosfonatos, tais como acetonodifosfonatos, aminotrismetilenofosfonatos, etilenodiaminatetrametilenofosfonatos e carbonatos de sódio e potássio, têm também sido sugeridos como adjuvantes, da mesma forma que os zeólitos e agentes sequestrantes orgânicos, tais como ácido nitrilotriacético, ácido etilenodiaminatetraacético e os ácidos carboxílicos poliméricos e seus sais, como ácido poliacrílico e ácido polimetacrílico.

Uma composição detergente adjuvada, líquida, típica, de acordo com o invento, compreende de cerca de 5% p/p a cerca de 40% p/p, com base no peso total da composição, de um adjuvante ou adjuvantes.

Para mais detalhes sobre os ingredientes que podem ser incluídos numa composição detergente adjuvada líquida pode fazer-se referência à patente GB-B-2123846.

Na preparação de um sistema de gel estabilizado, de acordo com o processo do invento o pH encontra-se, tipicamente, no intervalo compreendido entre cerca de 1,0 a cerca de 8,0, preferivelmente cerca de pH 4,0. Aquando da adição do adjuvante na produção de um detergente líquido adjuvado, de acordo com o invento, observa-se frequentemente um aumento de pH. Em alguns casos, o pH pode subir acima de cerca de 7,0, quando se parte de um sistema de gel estabilizado a um pH de cerca de 4,0; assim, o pH final pode ter um valor tão elevado como cerca de 9,0, ou mesmo ligeiramente superior.

Os detergentes adjuvados líquidos de acordo com a GB-B-2123846 são caracterizados pelo facto de, por centrifugação a 800 vezes a gravidade Terrestre normal, durante 17 horas, a 25°C, as composições se separarem numa primeira fase líquida,



predominantemente aquosa, contendo electrólito dissolvido e em, pelo menos, uma outra fase. Constitui uma vantagem do presente invento o facto de, se se preparar um sistema de gel estabilizado com força suficiente, este pode ser utilizado para preparar uma composição detergente adjuvada, líquida, que não se separa em duas ou mais fases aquando da centrifugação a 800 vezes a gravidade Terrestre normal, durante 17 horas, a 25°C. Para este fim, é desejável formular a composição detergente adjuvada, líquida, se se partir de silicato de sódio como precursor para o hidrossol de ácido silícico, a partir de uma mistura de ingredientes que inclua pelo menos cerca de 30% em peso de silicato de sódio (ou uma quantidade equivalente de outro silicato solúvel) até cerca de 8% em peso, com base no peso total da composição detergente líquida. Por selecção de uma quantidade apropriada de silicato de sódio (ou equivalente) como ingrediente para a preparação da composição detergente adjuvada, líquida, de acordo com o invento, é possível suportar quantidades tão elevadas quanto cerca de 25% ou mais de adjuvante, de forma tal que não ocorre separação de fases aquando da centrifugação a 800 vezes a gravidade Terrestre normal, a 25°C. No decurso das experiências levadas a cabo pela requerente do presente invento, produziram-se composições detergentes adjuvadas líquidas que exibiam uma pequena, ou mesmo nenhuma, separação de fases, mesmo quando centrifugadas a 2000 vezes a gravidade Terrestre normal a 25°C, durante 17 horas. Estes resultados experimentais indicam que as composições detergentes adjuvadas líquidas de acordo com o presente invento, devem exibir uma estabilidade em armazenamento, superior às de GB-B-2123846.

O invento é ilustrado adicionalmente por meio de Exemplos nos quais todas as percentagens são expressas em peso.

Exemplo 1

Este exemplo descreve a preparação de um tipo de líquido que demonstrou ser muito estável em termos de tempo (vida em prateleira) e de ciclo térmico (estabilidade ambiental).



Acido Alquil-benzeno-sulfónico Linear	11%
Monoetanolamida de Ácido Gordo de Coco	2%
Tripolifosfato de Sódio	20%
Xarope de Silicato de Sódio (47%)	6%
Carbonato de Sódio Anidro	3%
Hydrotrope H-66 (marca registada)	2%
Branqueador Óptico	0,15%
Solução de Formaldeido (40%)	0,75%
Emulsão Anti-espuma de Silicone	0,01%
Fragrância	0,50%
Água para produzir numa base p/p	100%

O ácido alquil-benzeno-sulfónico ou mistura de ácidos alquil-benzeno-sulfónicos, é dissolvido em cerca de duas vezes o seu peso de água e adicionado ao silicato de sódio que foi previamente diluído com três vezes o seu peso de água. Adicionaram-se ao xarope transparente resultante, com agitação lenta, todos os outros ingredientes para produzir um xarope fluido branco brilhante, ou lustroso, que é ainda diluído com água para originar o lote total de produto numa base de 100% em peso. Um ácido alquil-benzeno-sulfónico adequado é o ácido dodecil-benzeno-sulfónico.

Exemplo 2

Neste Exemplo, obtém-se um xarope coloidal estável ou gel fluido, por acidificação de soluções de silicato de metal alcalino que contêm surfactantes, antes de se efectuar a titulação. Este método de produção de detergentes de acção enérgica para lavagem de roupa, utiliza os seguintes ingredientes:

Alquil-benzeno-sulfonato de Sódio	11%
Monoetanolamida de Ácido Gordo de Coco	2%
Tripolifosfato de Sódio	20%
Xarope de Silicato de Sódio (47%)	5,5%
Carbonato de Sódio Anidro	3%
Branqueador Óptico	0,15%
Solução de Formaldeido (40%)	0,75%
(continua)	



Emulsão Anti-espuma de Silicone	0,01%
Hidrotrope H-66 (marca registada)	2,00%
Fragrância	0,50%
Acido Clorídrico (25%)	como requerido
Água para produzir p/p	100%

O alquil-benzeno-sulfonato de sódio (por exemplo dodecil-benzeno-sulfonato de sódio) é diluído duas vezes com água e colocado numa caldeira à qual se adiciona o xarope de silicato de sódio que pode, se desejado, ser diluído com três volumes de água antes da adição à caldeira. A mistura é agitada lentamente e o valor de pH da solução é reduzido para 8,0 pelo uso da aliquota correcta do ácido clorídrico a 25%. Uma vez terminada a reacção, o que sucede cerca de dois minutos após a última adição de ácido clorídrico, a porção restante de água é adicionada, seguida da adição dos outros ingredientes por qualquer ordem. O ajustamento final ao peso requerido é efectuado pela última adição de água. Obtém-se um produto semelhante ao do Exemplo 1.

Exemplo 3

Prepara-se uma composição detergente adjuvada, líquida, a partir dos ingredientes seguintes:

Acido Dodecil-benzeno-sulfónico de Sódio	10,0%
Xarope de Silicato de Sódio (47%)	cerca de 6,5%
Monoetanolamida de Acido Gordo de Coco	1,4%
Carboximetilcelulose de Sódio	0,1%
Tripolifosfato de Sódio	24,2%
Conservante	0,2%
Etoxilato de álcool	1,3%
Hydrotrope H66	0,5%
Anti-espuma	0,2%
Fragrância	0,2%
Enzima - Esperase	0,4%
Termamil	0,4%
Branqueador Óptico	0,1%
Água	para 100%

O etoxilato de álcool usado neste Exemplo era um éter polioxietileno obtido por condensação de 7 moles de óxido de etileno com um álcool C_{13/15}.

Em primeiro lugar a carboximetilcelulose de sódio é dissolvida em água. A monoetanolamida de ácido gordo de coco' é também dissolvida em água quente. Seguidamente, o ácido dodecil-benzeno-sulfônico é diluído com duas vezes o seu próprio peso de água. A esta solução adiciona-se, com agitação vigorosa, o xarope de silicato de sódio que foi previamente diluído com cerca de três vezes o seu próprio peso de água. Adiciona-se uma quantidade suficiente deste xarope de silicato de sódio diluído, para originar um pH de cerca de 4,0. Seguidamente, adiciona-se a solução de carboximetilcelulose de sódio, seguida da solução de monoetanolamida de ácido gordo de coco, mantendo sempre a agitação. Seguidamente, adiciona-se o tripolifosfato de sódio com agitação, seguido dos outros ingredientes menores. Finalmente, a composição é diluída com água, até à concentração desejada.

A composição resultante é estável e não se separa em fases distintas, mesmo após vários meses de armazenamento. Além disso, aquando da centrifugação a 800 g durante 17 horas, não foi detectada qualquer separação de fases. Não há sinais de qualquer formação de vesículas ou esferolites, nem há qualquer evidência de qualquer surfactante se encontrar presente na forma de cristal líquido lamelar ou hidrato sólido. Assim, aquando da avaliação por microscopia electrónica da composição detergente deste Exemplo, as observações registadas eram consistentes com uma estrutura granular altamente incaracterística, com cristais de tripolifosfato de sódio distribuídos de forma aleatória.

Exemplo 4

Produz-se uma composição detergente adjuvada, líquida, a partir dos mesmos ingredientes usados no Exemplo 3, com a excepção de a adição do xarope de silicato de sódio ser retardada até depois da adição do tripolifosfato de sódio. A carboximetilcelulose de sódio e a monoetanolamida de ácido gordo de coco são, cada uma, dissolvidas separadamente em água quente. Seguidamente,

o ácido dodecil-benzeno-sulfônico é diluído com cerca de duas vezes o seu próprio peso de água. A solução de carboximetilcelulose de sódio e a solução de etanolamida de ácido gordo de coco são adicionadas, uma de cada vez, à solução de ácido dodecil-benzeno-sulfônico, com agitação vigorosa, para originar uma solução possuindo um pH de cerca de 7,0 ou inferior, seguindo-se a adição dos outros ingredientes menores. Por fim, adiciona-se, mantendo sempre a agitação vigorosa, o xarope de silicato de sódio que foi previamente diluído com duas vezes o seu próprio peso de água. Finalmente a composição é diluída com água até à concentração desejada.

A composição detergente adjuvada, líquida, resultante é semelhante à do Exemplo 3, com a excepção de exibir inicialmente uma viscosidade algo inferior. A composição não se separa em fases após centrifugação a 800 g durante 17 horas. A composição não apresenta qualquer indicação de conter quaisquer esferolites ou vesículas, nem há qualquer evidência de qualquer dos surfactantes se encontrar presente na forma de um cristal líquido lamelar ou hidrato sólido. Além disso, os resultados obtidos por avaliação por microscopia electrónica indicam que a composição detergente adjuvada, líquida, deste Exemplo possui uma estrutura granular altamente incaracterística, com cristais de tripolifosfato de sódio distribuídos de forma aleatória.

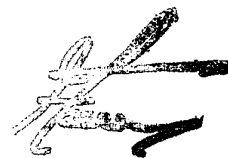
Apesar de não ser requerida uma explicação em termos de química-física para este invento, é interessante salientar que devem ser produzidos hidrossóis muito concentrados de ácido silícico, sem qualquer tendência para coagular ou precipitar como geles rígidos, porque, à medida que o ácido alquil-benzeno-sulfônico é titulado até ao ponto neutro, com solução de silicato, a condutividade eléctrica da solução diminui devido ao desaparecimento dos iões hidroxónio que vão sendo doados pelo ácido sulfónico. Este tipo de reacção "tenside"/ácido silícico não se restringe à aplicação na produção de detergentes densos para lavagem de roupa.

Noutro exemplo, um gel aniónico ou xarope suaves podem ser

72 111

CTE/JFA/PL60910PT

-18-



carregados com abrasivos finamente divididos e usados como produtos de limpeza de fornos ou de superfícies duras.

Consequentemente, o invento não se restringe, na sua aplicabilidade, à produção de sistemas de gel fluído em detergentes de acção enérgica para lavagem de roupa.

REIVINDICAÇÕES

1 - Processo de produção de um sistema de gel estabilizado destinado ao suporte de matéria em partículas finamente divididas em suspensão, caracterizado por compreender a neutralização de uma solução de um silicato de metal alcalino a um pH na gama de cerca de 1,0 a cerca de 7,0 em presença de um agente tensioactivo de modo a produzir um hidrossol de ácido silícico estabilizado por aprisionamento com micelas de agente tensioactivo.

2 - Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por a neutralização ser efectuada por adição de um ácido a uma solução de um silicato de metal alcalino que também contém pelo menos um surfactante.

3 - Processo de acordo com a reivindicação 2, caracterizado por o ácido ser seleccionado de entre ácido clorídrico, ácido sulfúrico, ácido sulfâmico, ácido fosfórico, ácido fórmico, ácido acético, ácido cítrico e misturas de dois ou mais destes.

4 - Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por a neutralização ser efectuada por titulação da solução de silicato de metal alcalino com um agente tensioactivo contendo dois ou mais grupos ácido sulfónico.

5 - Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por a solução possuindo um pH não superior a 7,0 ser produzida por dissolução em meio aquoso de um agente tensioactivo contendo um ou mais grupos ácido sulfónico e um tripolifosfato de metal alcalino e se adicionar uma solução de um silicato de metal alcalino.

6 - Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 5, caracterizado por o silicato de metal alcalino ser silicato de sódio.

7 - Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 6, caracterizado por o agente tensioactivo ser um surfactante aniónico seleccionado de entre ácidos alquilbenzeno-sulfónicos, ácidos alquil-sulfónicos e ácidos alfa-olefina-sulfónicos.

8 - Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 7, caracterizado por se adicionar ainda pelo menos um surfactante não iónico.

9 - Processo de acordo com a reivindicação 8, caracterizado por o surfactante não iónico compreender monoetanolamida de ácido gordo de coco.

10 - Processo de produção de uma composição adjuvada, líquida caracterizado por compreender a neutralização de uma solução de um silicato de metal alcalino a um pH na gama de cerca de 1,0 a cerca de 7,0, por titulação com um agente tensioactivo contendo um ou mais grupos ácido sulfónico.

11 - Processo de produção de um detergente adjuvado líquido caracterizado por compreender a neutralização de uma solução de um silicato de metal alcalino a um pH na gama de cerca de 1,0 a cerca de 7,0 na presença de um agente tensioactivo de modo a produzir um hidrossol de ácido silícico estabilizado por aprisionamento com micelas de agente tensioactivo e, quer antes quer após o passo de neutralização, se incorporar um adjuvante na composição.

12 - Processo de acordo com a reivindicação 11, caracterizado por a neutralização ser efectuada por adição de um ácido a uma solução de um silicato de metal alcalino que também contém pelo menos um surfactante e à qual é em seguida adicionado o adjuvante.

13 - Processo de acordo com a reivindicação 12, caracterizado por o ácido ser seleccionado de entre ácido clorídrico, ácido sulfúrico, ácido sulfâmico, ácido fosfórico, ácido fórmico, ácido acético, ácido cítrico e misturas de dois ou mais destes.

14 - Processo de acordo com a reivindicação 11, caracterizado por a neutralização ser efectuada por titulação da solução de silicato de metal alcalino com um agente tensioactivo contendo dois ou mais grupos ácido sulfónico.

15 - Processo de acordo com a reivindicação 11, caracterizado por a solução possuindo um pH não superior a 7,0 ser produzida por dissolução em meio aquoso de um agente tensioactivo contendo

um ou mais grupos ácido sulfónico e um tripolifosfato de metal alcalino e se adicionar uma solução de um silicato de metal alcalino.

16 - Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 10 a 15, caracterizado por o silicato de metal alcalino ser silicato de sódio.

17 - Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 10 a 16, caracterizado por o agente tensioactivo ser um surfactante aniónico seleccionado de entre ácidos alquilbenzeno-sulfónicos, ácidos alquil-sulfónicos e ácidos alfa-olefina-sulfónicos.

18 - Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 10 a 17, caracterizado por se adicionar ainda pelo menos um surfactante não iónico.

19 - Processo de acordo com a reivindicação 18, caracterizado por o surfactante não iónico compreender etanolamida de ácido gordo de coco.

20 - Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 10 a 19, caracterizado por se incorporar na composição, quer antes, quer após, o passo de neutralização um álcool gordo sulfatado ou um seu sal de sódio.

21 - Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 10 a 20, caracterizado por se usar cerca de 2% p/p até cerca de 30% p/p de surfactante aniónico (calculado como ácido sulfónico), com base no peso total da composição.

22 - Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 10 a 21, caracterizado por a quantidade de adjuvante ou adjuvantes estar compreendida entre cerca de 5% p/p até cerca de 40% p/p, com base no peso da composição.

23 - Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 10 a 21, caracterizado por o adjuvante compreender tripolifosfato de sódio.

24 - Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 10 a 23, caracterizado por se incorporar na composição, quer antes, quer após o passo de neutralização, cerca de 0,5% p/p até

cerca de 30% de pelo menos um surfactante não iónico.

25 - Processo de acordo com a reivindicação 24, caracterizado por o, pelo menos um, surfactante compreender monoetanolamida de ácido gordo de coco.

26 - Processo de acordo com a reivindicação 24 ou reivindicação 25, caracterizado por o, pelo menos um, surfactante não iónico compreender um éter de polioxialquilenos ou um alanol contendo de cerca de 6 a cerca de 20 grupos óxido de etileno e ser baseado num alanol contendo de cerca de 6 a cerca de 26 átomos de carbono.

27 - Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 10 a 26, caracterizado por se usarem de cerca de 3% p/p até cerca de 8% p/p de silicato de sódio com base no peso da composição.

28 - Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 10 a 27, caracterizado por compreender ainda a incorporação na composição, quer antes quer após o passo de neutralização, de pelo menos um material seleccionado de entre conservantes, branqueadores ópticos, branqueadores, fragrâncias, zeólitos, inibidores de espuma, intensificadores de espuma, estabilizadores de espuma, sabões, corantes, tampões, agentes de inibição da corrosão, activadores de branqueamento, enzimas, humectantes e estabilizantes de enzima.

29 - Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 10 a 28, caracterizado por o pH da composição resultante estar na gama de cerca de 4,0 a cerca de 9,0.

Lisboa,

15. JAN. 1991

Por S.B.CHEMICALS LIMITED

- O AGENTE OFICIAL -

