



República Federativa do Brasil
Ministério da Economia
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) BR 112014026429-5 B1



(22) Data do Depósito: 19/03/2013

(45) Data de Concessão: 01/02/2022

(54) Título: COMPOSIÇÃO DETERGENTE LÍQUIDA ISOTRÓPICA AQUOSA EXTERNAMENTE ESTRUTURADA

(51) Int.Cl.: C11D 3/382; C11D 3/37.

(30) Prioridade Unionista: 23/04/2012 EP 12165196.2.

(73) Titular(es): UNILEVER IP HOLDINGS B.V..

(72) Inventor(es): ADAM JAN KOWALSKI; PHILIP MICHAEL RYAN; ALASTAIR RICHARD SANDERSON; LEE JAMES BRENNAN; AMI SWAPNIL WAGLE.

(86) Pedido PCT: PCT EP2013055649 de 19/03/2013

(87) Publicação PCT: WO 2013/160024 de 31/10/2013

(85) Data do Início da Fase Nacional: 22/10/2014

(57) Resumo: COMPOSIÇÃO DETERGENTE LÍQUIDA ISOTRÓPICA AQUOSA EXTERNAMENTE ESTRUTURADA. A presente invenção refere-se a um líquido detergente isotrópico aquoso estruturado externamente compreendendo: a) pelo menos 10% em peso de água, b) pelo menos 3% em peso de surfactante detergente misto compreendendo surfactante aniônico, c) pelo menos 0,025% em peso de estruturante externo de fibra cítrica ativada, caracterizado pelo líquido adicionalmente compreender pelo menos 0,1% em peso de polímero espessante de poliacrilato expansível em água e a viscosidade do líquido em 20 s-1 e 25°C é pelo menos 0,3 Pa.s.

**“COMPOSIÇÃO DETERGENTE LÍQUIDA ISOTRÓPICA AQUOSA
EXTERNAMENTE ESTRUTURADA”**

Campo da Invenção

[0001] A presente invenção refere-se a composições detergentes líquidas isotrópicas aquosas externamente estruturadas.

Histórico da Invenção

[0002] As composições detergentes líquidas isotrópicas não possuem aptidão inata para suspender partículas sólidas, por exemplo, sinais e encapsulados. Um meio de suspensão pode ser obtido pela manipulação apropriada dos níveis de surfactante e de eletrólitos. Entretanto, isto impõe restrições indesejáveis na composição. O uso dos chamados estruturantes externos pode atingir o trabalho de suspensão necessário sem impor tais restrições na composição.

[0003] A fibra cítrica, e seus usos para estruturação de produtos alimentícios e composições de cuidado pessoal são descritos nos documentos US2004/0086626 e US2009/269376.

[0004] A compatibilidade de um líquido detergente estruturado com fibra cítrica ativada e enzimas de cuidado é descrita no documento PCT/EP2011/067549. Seu uso com polímero de deposição catiônico (goma de guar quaternizada Jaguar) para xampu anticaspa é revelado no documento WO2012/019934.

[0005] O documento US 7981855 revela composições surfactantes líquidas detergentes compreendendo até 15% em peso de surfactante, incluindo pelo menos 1% de surfactante aniônico, até 2% de celulose bacteriana (preferivelmente MFC) e de 0,001 a 5% em peso de fibras cítricas. Em uma concretização, a celulose bacteriana pode ser parcialmente revestida por um espessante polimérico utilizando o método revelado no documento US 2007/0027108.

[0006] Quando a fibra cítrica ativada é utilizada e especialmente quando é utilizada em um nível alto o suficiente para suspender partículas sólidas (isto é, possui uma tensão de cedência alta o suficiente), há um problema com resíduos que são deixados para trás à medida que a composição detergente líquida externamente estruturada drena para o interior do recipiente da composição líquida sob a gravidade, por exemplo, após parte do líquido ter

sido despejada do recipiente. Estes resíduos de drenagem são inestéticos e esgotam a composição detergente líquida do estruturante externo.

[0007] É um objeto da presente invenção reduzir resíduos de drenagem de uma composição detergente líquida compreendendo estruturante externo de fibra cítrica ativada.

Descrição Resumida da Invenção

[0008] De acordo com a presente invenção, é provida uma composição detergente líquida isotrópica aquosa estruturada compreendendo:

- pelo menos 10% em peso de água,
- pelo menos 3% em peso de surfactante detergente misto compreendendo surfactante aniônico,
- pelo menos 0,025% em peso de estruturante externo de fibra cítrica ativada,

[0009] caracterizada pelo líquido adicionalmente compreender pelo menos 0,1% em peso de polímero espessante de poliacrilato expansível em água e a viscosidade do líquido em 20 s^{-1} e 25 °C é pelo menos 0,3 Pa.s.

[0010] A viscosidade a 20 s^{-1} e 25 °C é selecionada porque é indicativa do cisalhamento que é aplicado a um líquido quando estiver sendo despejado de uma garrafa em uso normal. Sem desejar vínculo a teoria, acredita-se que o aumento na viscosidade do despejo ajuda a manter a rede de fibras cítricas ativadas entranhada no líquido à medida que é drenado para o fundo da parede de um recipiente. Isto reduz a deposição do estruturante externo de fibra cítrica ativada sobre a parede de um recipiente, particularmente quando o líquido detergente estruturado externamente é drenado para baixo da parede sob a gravidade.

[0011] Preferivelmente, para o trabalho de suspensão, a composição possui uma tensão de cedência de pelo menos 0,3 Pa, mais preferivelmente, pelo menos 0,4 Pa, e adicionalmente compreende pelo menos 0,1% em peso de material particulado suspenso. Nos maiores níveis de fibra cítrica ativada necessários para prover trabalho de suspensão, o problema de drenagem sobre a parede é muito perceptível. Os resíduos deixados na drenagem também se reduzem com o aumento do nível de ativação de fibra cítrica. Devido ao fato de níveis mais elevados de ativação permitirem que menos fibra cítrica seja utilizada para atingir um determinado efeito estruturante, o limite inferior preferido da fibra cítrica dependerá do processo de ativação, da

natureza e da quantidade do material a ser suspenso e da presença ou ausência de co-estruturantes. Há sempre resíduos de drenagem na parede reduzidos quando a fibra cítrica ativada é combinada com polímero para aumentar a viscosidade a 20 s^{-1} .

[0012] Preferivelmente, a composição compreende pelo menos 0,5% em peso de fibra cítrica ativada, mais preferivelmente, pelo menos 0,8% em peso.

[0013] Preferivelmente, a composição é provida em um recipiente transparente. Por exemplo, PET com uma manga termo-retrátil. As vantagens das composições são maximizadas quando os resíduos na parede forem visíveis através de um recipiente transparente. Entretanto, a vantagem de não deixar fibras cítricas ativadas para trás na parede para secarem e causar perda de estruturante está presente independentemente do recipiente ser transparente ou opaco. É comum o uso de um corante ou opacificante em líquidos detergentes e a presente invenção provê vantagens adicionais neste caso, devido ao menor nível de resíduos na drenagem.

[0014] As composições estruturadas externamente e espessadas por polímero possuem a capacidade de suspender uma ampla gama de ingredientes de benefícios a particulados sólidos: incluindo ingredientes encapsulados tal como fragrância, enzimas, esferas/sinais visuais, mica/perolizante, silicone, etc. O material suspenso preferivelmente compreende encapsulados e mais preferivelmente, compreende encapsulados de perfume. Neste relatório descritivo, o termo particulado sólido engloba líquidos contidos em uma casca sólida. Alternativamente, ou, além disso, o material particulado sólido pode compreender sinais visuais (película) que podem ter ingredientes de benefício incorporados ou localizados dentro dos mesmos. Em uma concretização, o material particulado sólido pode compreender material abrasivo, por exemplo, caroços de azeitona moídos.

[0015] A composição é desejavelmente livre de polímeros catiônicos, visto que estes podem desestabilizar uma composição que seria isotrópica.

[0016] Os polímeros espessantes preferidos são copolímeros acrílicos/ASE/HASE/C-HASE alcalinos lineares/reticulados. Polímeros que exigem condições alcalinas para expandir e, então, prover espessamento do líquido detergente devem ser adicionados de maneira que sejam expostos a condições alcalinas pelo menos durante a fabricação do líquido. Não é essencial que o líquido final seja alcalino. É preferido que a fibra cítrica seja

submetida a cisalhamento mecânico na ausência de polímero. Isto pode ser feito por meio de uma pré-mistura da fibra cítrica ativada, que pode então ser adicionada à mistura principal após o polímero espessante.

[0017] Preferivelmente, a composição compreende pelo menos 0,5% em peso de polímero espessante, mais preferivelmente, pelo menos 1% em peso.

[0018] Os polímeros hidrofobicamente modificados expansíveis alcalinos (HASE) produzem líquidos muito estáveis quando utilizados com a estruturação externa de fibras cítricas ativadas. Polímeros não hidrofobicamente modificados reticulados (CASE) são altamente estáveis quando utilizados com argilas espessantes expansíveis em água. Um tipo adequado de argila é uma argila de hectorita sintética vendida como Laponite pela Rockwood. A composição pode compreender um co-estruturante que pode ser selecionado dentre outros estruturantes fibrosos, argila e outros materiais particulados sólidos, incluindo encapsulados. A quantidade do co-estruturante quando presente preferivelmente reside na faixa de 0,5 a 2% em peso.

[0019] A adição do polímero espessante à composição estruturada por fibras cítricas também possui a vantagem adicional de que o aumento da viscosidade de despejo a 20s^{-1} desacelera a taxa de separação e o desenvolvimento da separação de camadas inferior ou superior se a rede de estruturação de fibras possuir flutuabilidade negativa ou positiva; possivelmente induzido pelo fato de que a mesma possui altos níveis de materiais particulados sólidos menos ou mais densos que o líquido detergente em suspensão. Assim, as composições possuem maior estabilidade de armazenamento e as partículas suspensas permanecem dispersas uniformemente para prover uma dose uniformemente representativa da fragrância encapsulada ou outro ingrediente de benefício suspenso para cada dose, ao longo do tempo de uso.

[0020] O aumento necessário no nível de fibra cítrica ativada para fornecer um líquido detergente com a mesma tensão de cedência (poder de suspensão) que um líquido que possua uma mistura de fibra cítrica ativada e possuindo espessante significa que o líquido com a combinação da fibra cítrica ativada e polímero espessante é mais transparente. Isto é uma vantagem específica se sinais visuais estiverem suspensos no líquido.

Descrição Detalhada da Invenção

Água

[0021] As composições detergentes são aquosas, e água compõe a maior parte do solvente na composição. Hidrotropos, tal como propilenoglicol e glicerol/glicerina podem ser incluídos como co-solventes em uma quantidade menor que a água. A água é necessária na composição para manter o surfactante, quaisquer polímeros, reforçadores solúveis, enzimas, etc., na solução. A quantidade de água afirmada inclui tanto água livre quanto qualquer água ligada. A quantidade de água na composição é preferivelmente pelo menos 20% em peso, mais preferivelmente, pelo menos 30% em peso.

Sistema Surfactante Misto

[0022] Devido às propriedades robustas do sistema estruturante externo inovador, há poucas limitações no tipo ou na quantidade do sistema surfactante misto. Surfactantes sintéticos preferivelmente compõem uma parte principal do sistema surfactante. Misturas de surfactantes aniônicos e não iônicos, ou um sistema surfactante misto completamente aniônico ou misturas de surfactantes aniônicos, surfactantes não iônicos e surfactantes anfotéricos ou zwitteriônicos podem todos ser utilizados de acordo com a escolha do formulador para o trabalho de limpeza necessário e a dose necessária da composição detergente.

[0023] Os surfactantes que formam o sistema surfactante misto podem ser escolhidos a partir dos surfactantes descritos em '*Surface Active Agents*' Vol. 1, por Schwartz & Perry, Interscience 1949, Vol. 2 por Schwartz, Perry & Berch, Interscience 1958, '*McCutcheon's Emulsifiers and Detergents*' publicado pela Manufacturing Confectioners Company ou em '*Tenside Taschenbuch*', H. Stache, 2^a Ed., Carl Hauser Verlag, 1981.

[0024] A quantidade de surfactante na composição pode variar na faixa de 3 a 75% em peso, preferivelmente, 10 a 60% em peso, mais preferivelmente, de 16 a 50% em peso. O técnico no assunto apreciará que a concentração de surfactante ideal dependerá amplamente do tipo de produto e do modo de uso pretendido.

[0025] O surfactante aniônico pode incluir sabão (sal ou ácido graxo). Um sabão preferido é feito pela neutralização de ácido graxo de coco hidrogenado, por exemplo, Prifac® 5908 (da Croda). Misturas de ácidos graxos saturados e insaturados podem também ser utilizadas.

[0026] Surfactantes detergentes não iônicos são bem conhecidos na técnica. Um surfactante não iônico preferido inclui um álcool etoxilado C12-C18, compreendendo 3 a 9 unidades de óxido de etileno por molécula. São mais preferidos álcoois etoxilados lineares primários C12-C15 com, em média, 5 a 9 grupos de óxido de etileno, mais preferivelmente, em média, 7 grupos de óxido de etileno.

[0027] Exemplos de surfactantes sintéticos adequados incluem lauril sulfato de sódio, lauril éter sulfato de sódio, lauril sulfossuccinato de amônio, lauril sulfato de amônio, lauril éter sulfato de amônio, isetionato de cocoil de sódio, lauroil isetionato de sódio, e N-lauril sarcosinato de sódio. Mais preferivelmente, os surfactantes aniônicos sintéticos compreendem o surfactante aniônico sintético sulfonato de alquilbenzeno linear (LAS). Outro surfactante aniônico sintético adequado na presente invenção inclui sulfato de sódio álcool etóxi-éter (SAES), preferivelmente compreendendo altos níveis de sulfato de sódio álcool C12 etóxi-éter (SLES). É preferido que a composição compreenda LAS.

[0028] Um sistema surfactante misto preferido compreende materiais ativos detergentes aniônicos com não iônicos e opcionalmente surfactante anfotérico, incluindo óxido de amina.

[0029] Outro sistema surfactante misto preferido compreende dois surfactantes aniônicos diferentes, preferivelmente sulfonato de alquil benzeno linear e um sulfato, por exemplo, LAS e SLES.

[0030] Surfactantes aniônicos sintéticos podem estar presentes, por exemplo, em quantidades na faixa de cerca de 5% a cerca de 70% em peso do sistema surfactante misto.

[0031] As composições detergentes podem adicionalmente compreender um surfactante anfotérico, em que o surfactante anfotérico está presente em uma concentração de 1 a 20% em peso, preferivelmente, 2 a 15% em peso, mais preferivelmente, 3 a 12% em peso do sistema surfactante misto. Exemplos típicos de surfactantes anfotéricos e zwitteriônicos adequados incluem alquil betaínas, alquilamido betaínas, óxidos de amina, aminopropionatos, aminoglicinatos, compostos de imidazolínio anfotéricos, alquildimetilbetaínas ou alquildipolietoxibetaínas.

Fibra Cítrica Ativada

[0032] O albedo de frutas cítricas é utilizado para se fazer fibra cítrica em pó. Ele possui uma 'microestrutura esponjosa'. Frutas cítricas (principalmente limões e limas) são secas para deixar o material de parede da célula vegetal insolúvel e um pouco de açúcares contidos internamente e pectina. Ele é seco e peneirado e em seguida, lavado para aumentar o teor de fibras. Os materiais secos são grandes (fragmentos de células de centenas de micra, consistindo em fibrilas rigidamente ligadas/unidas). Após moagem, um material de fibra cítrica em pó é obtido. O processo utilizado deixa a maior parte da parede celular natural intacta, enquanto que os açúcares são removidos. Os materiais de fibra cítrica altamente expansíveis são tipicamente utilizados como aditivos alimentares e têm sido utilizados em maionese de baixo teor de gordura. O pH do pó disperso é ácido.

[0033] A microscopia mostra que a fibra cítrica em pó é uma mistura heterogênea de partículas com diversos tamanhos e formatos. A maior parte do material consiste em pedaços agregados de paredes celulares e detritos de parede celular. Entretanto, uma série de estruturas semelhantes a tubos com um diâmetro aberto de cerca de 10 micra, muitas vezes dispostas em aglomerados, podem ser identificadas. Estas, chamadas vasos de xilema, são canais de transporte de água que estão principalmente localizados na casca das frutas cítricas. Os vasos de xilema consistem em pilhas de células mortas, unidas entre si para formar tubos relativamente longos, de 200 a 300 micra de comprimento. As partes externas dos tubos são reforçadas por lignina, que é muitas vezes disposta em anéis ou hélices, impedindo que os tubos entrem em colapso devido a forças capilares atuando nas paredes do tubo durante o transporte de água.

[0034] Um tipo preferido de fibra cítrica em pó inclui fibra cítrica tipo N Herbacel AQ+ da Herbafoods. Esta fibra cítrica possui um teor de fibras totais (solúveis e insolúveis) maior que 80% e um teor de fibras solúveis maior que 20%. Ela é fornecida como um pó seco fino com pouca cor e possui uma capacidade de ligação com água de cerca de 20 kg de água por kg de pó.

[0035] Para obter a estrutura adequada, a fibra cítrica em pó é ativada (hidratada e aberta estruturalmente) através de uma maior dispersão de cisalhamento a uma baixa concentração em água para formar uma pré-mistura. Devido à fibra cítrica ativada dispersa ser biodegradável, é vantajoso incluir um conservante na pré-mistura.

[0036] O cisalhamento não deve ser alto o suficiente para levar a desfibrilação. Se um homogeneizador de alta pressão for utilizado, ele deve ser operado entre 200 e 600 bar. Quanto mais cisalhamento for aplicado, menos densas serão as partículas resultantes. Embora a morfologia seja alterada pelo alto cisalhamento, o tamanho agregado do processo parece não ser alterado. As fibras são quebradas e, em seguida, preenchem a fase de água. O cisalhamento também libera as partes externas das paredes celulares, e estas são capazes de formar uma matriz que estrutura a água fora do volume da fibra original.

[0037] Uma pré-mistura de estrutura de fibra cítrica ativada pode alternativamente ser feita por moagem utilizando um misturador de alto cisalhamento, tal como um da Silverson. A pré-mistura pode ser passada através de diversos estágios de alto cisalhamento sequenciais para garantir a hidratação completa e a dispersão da fibra cítrica para formar a dispersão de fibra cítrica ativada.

[0038] A pré-mistura pode ser deixada para hidratar ainda mais (envelhecer) após a dispersão de alto cisalhamento. A pré-mistura ativada é preferivelmente utilizada fresca.

[0039] Pré-misturas homogeneizadas em alta pressão são preferidas em relação à pré-misturas moídas, uma vez que elas são mais eficazes em relação ao peso para fornecer trabalho de suspensão suficiente para líquidos. O aumento da pressão de homogeneização fornece maior eficácia em relação ao peso à pré-mistura. Uma pressão operacional adequada é cerca de 500 bar.

[0040] O nível de fibra cítrica ativada em uma pré-mistura preferivelmente reside na faixa de 1 a 5% em peso, mais preferivelmente, 1,5 a 2,5% em peso. A concentração de fibra cítrica ativada na pré-mistura depende da capacidade do equipamento de lidar com a maior viscosidade devido a maiores concentrações. Preferivelmente, a quantidade de água na pré-mistura é pelo menos 20 vezes maior que a quantidade de fibras cítricas, mais preferivelmente, pelo menos 25 vezes, até mesmo tão alta quanto 50 vezes. É vantajoso que exista água em excesso para hidratar a fibra cítrica ativada completamente. Pré-misturas preferidas possuem uma tensão de cedência medida de pelo menos 70 Pa medida utilizando um copo serrilhado de Anton Paar e geometria de prumo a 25 °C.

[0041] Quando adicionada à composição líquida detergente, a fibra cítrica ativada reforça a tensão de cedência e a viscosidade de despejo da composição a 20 s^{-1} e a composição é um líquido de refinamento por cisalhamento. A tensão de cedência e a viscosidade a 20 s^{-1} aumentam geralmente em linha com o nível de fibra cítrica ativada.

[0042] A fibra cítrica ativada é compatível com enzimas utilizadas em lavanderia e composições detergentes de cuidados domésticos.

[0043] A pré-mistura pode ser adicionada ao líquido detergente como um ingrediente pós-dosado, ou alternativamente, a composição pode ser formada partindo da pré-mistura e, em seguida, adicionando outros ingredientes à mesma. Um alto cisalhamento é necessário para dispersar a pré-mistura na composição completamente, mas o trabalho não é tão exigente quanto para a preparação de pré-mistura.

[0044] A fibra cítrica ativada deve ser utilizada em um nível alto o suficiente para garantir que a rede estruturante externa não se deposite sob seu próprio peso. Se a rede se depositar, então, quaisquer partículas sólidas suspensas se depositam com a rede. Para evitar o aprisionamento de ar na rede estruturante, a quantidade de fibra cítrica ativada é preferivelmente reduzida para próximo do mínimo necessário para suspender as partículas sólidas, por exemplo, fragrância encapsulada ou caroços de azeitona moídos para composições de limpeza doméstica. A porção de argila do sistema estruturante externo auxilia na redução do nível da fibra cítrica ativada necessária. A fibra cítrica ativada se beneficia do processamento livre de ar, uma vez que isto melhora a estabilidade das composições líquidas resultantes, especialmente para a separação da camada transparente inferior.

Polímero Espessante

[0045] O polímero espessante é um poliacrilato expansível em água. Tais polímeros podem ser copolímeros expansíveis alcalinos (ASE) opcionalmente com uma modificação hidrofóbica em pelo menos um dos monômeros (HASE) ou com grupos reticulados (CASE) e possivelmente com tanto modificação hidrofóbica quanto reticulação (C-HASE).

[0046] Conforme utilizado neste documento, o termo “(met)acrílico” refere-se a acrílico ou metacrílico, e “(met)acrilato” refere-se a acrilato ou metacrilato. O termo “polímeros acrílicos” refere-se a polímeros de monômeros acrílicos, isto é, ácido acrílico (AA), ácido metacrílico (MAA) e seus ésteres, e

copolímeros compreendendo pelo menos 50% de monômeros acrílicos. Ésteres de AA e MAA incluem, entre outros, metacrilato de metila (MMA), metacrilato de etila (EMA), metacrilato de butila (BMA), metacrilato de hidroxietila (HEMA), acrilato de metila (MA), acrilato de etila (EA), acrilato de butila (BA), e acrilato de hidroxietila (HEA), bem como outros alquil-ésteres de AA ou MAA.

[0047] Preferivelmente, os polímeros acrílicos possuem pelo menos 75% de resíduos de monômeros derivados de ácido (met)acrílico ou monômeros de (met)acrilato, mais preferivelmente, pelo menos 90%, mais preferivelmente, pelo menos 95%, e mais preferivelmente, pelo menos 98%. O termo "monômero de vinila" refere-se a um monômero adequado para polimerização de adição e contendo uma única ligação dupla carbono-carbono polimerizável.

[0048] As propriedades hidrofóbicas podem ser transmitidas pelo uso de resíduos de (met)acrilato modificados lipofílicamente, cada um dos quais pode conter um ou uma pluralidade de grupos lipofílicos. Tais grupos estão adequadamente no mesmo componente de copolímero e anexos a cadeias hidrofílicas, tal como, por exemplo, cadeias de polioxietileno. Alternativamente, o copolímero pode conter um grupo vinila que pode ser utilizado para copolimerizar o polímero para outras entidades contendo vinila para alterar ou melhorar as propriedades do polímero. Os grupos polimerizáveis podem ser anexos a grupos lipofílicos diretamente, ou indiretamente, por exemplo, através de um ou mais, por exemplo, até 60, preferivelmente até 40, grupos ligantes solúveis em água, por exemplo, $-\text{CH}[\text{R}]\text{CH}_2\text{O}-$ ou $-\text{CH}[\text{R}]\text{CH}_2\text{NH}-$, em que R é um hidrogênio ou uma metila. Alternativamente, o grupo polimerizável pode ser anexado ao grupo lipofílico por reação do componente hidrofílico, por exemplo, polioxietileno, com um composto uretano contendo insaturação. O peso molecular do grupo ou grupos modificador(es) lipofílico(s) é preferivelmente selecionado com o número de tais grupos para fornecer o teor lipofílico mínimo necessário no copolímero, e preferivelmente, para desempenho satisfatório em uma ampla variedade de composições líquidas.

[0049] A quantidade de componente modificado lipofílicamente nos copolímeros preferivelmente é pelo menos 5%, mais preferivelmente pelo menos 7,5%, e mais preferivelmente, pelo menos 10%; e preferivelmente é não mais que 25%, mais preferivelmente, não mais que 20%, mais preferivelmente, não mais que 18%, e mais preferivelmente, não mais que 15%.

[0050] Os grupos modificadores lipofílicos propriamente ditos são preferivelmente grupos alquila saturados de cadeia reta, mas podem ser grupos aralquil ou alquil carbocíclicos, tal como grupos alquilfenila, tendo pelo menos 6, e até 30 átomos de carbono, embora grupos de cadeia ramificada possam ser contemplados. Entende-se que os grupos alquila possam ser de origem sintética ou natural e, neste último caso particularmente, podem conter uma variedade de comprimentos de cadeia.

[0051] O comprimento de cadeia dos grupos modificadores lipofílicos preferivelmente está abaixo de 25, mais preferivelmente, de 8 a 22, e mais preferivelmente, de 10 a 18 átomos de carbono. O componente hidrofílico do copolímero modificado lipofilicamente pode ser adequadamente um componente polioxietileno, preferivelmente compreendendo pelo menos uma cadeia de pelo menos 2, preferivelmente, pelo menos 5, mais preferivelmente, pelo menos 10, e até 60, preferivelmente, até 40, mais preferivelmente, até 30 unidades de óxido de etileno. Tais componentes são geralmente produzidos em uma mistura de comprimentos de cadeia.

[0052] Preferivelmente, os resíduos de (met)acrilato de alquila C2-C4 no copolímero são resíduos de (met)acrilato de alquila C2-C3, e mais preferivelmente, EA. Preferivelmente, a quantidade de resíduos de (met)acrilato de alquila C2-C4 é pelo menos 20%, mais preferivelmente, pelo menos 30%, mais preferivelmente, pelo menos 40%, e mais preferivelmente, pelo menos 50%. Preferivelmente, a quantidade de resíduos de (met)acrilato de alquila C2-C4 não é maior que 75%, mais preferivelmente, não é maior que 70%, e mais preferivelmente, não é maior que 65%. Preferivelmente, a quantidade de resíduos de ácido acrílico no copolímero utilizado na presente invenção é pelo menos 5%, mais preferivelmente, pelo menos 7,5%, mais preferivelmente, pelo menos 10%, e mais preferivelmente, pelo menos 15%. Preferivelmente, a quantidade de resíduos de ácido acrílico não é maior que 27,5%, mais preferivelmente, não é maior que 25%, e mais preferivelmente, não é maior que 22%. Os resíduos de ácido acrílico são introduzidos no copolímero pela inclusão de ácido acrílico, ou um oligômero de ácido acrílico tendo um grupo vinila polimerizável na mistura de monômero utilizada para produzir o copolímero. Preferivelmente, o copolímero contém resíduos derivados de ácido metacrílico em uma quantidade que provê um teor de ácido acrílico mais ácido metacrílico total de pelo menos 15%, mais preferivelmente, pelo menos 17,5%,

e mais preferivelmente, pelo menos 20%. Preferivelmente, o teor de ácido acrílico mais ácido metacrílico total não é maior que 65%, mais preferivelmente, não é maior que 50%, e mais preferivelmente, não é maior que 40%.

[0053] Opcionalmente, o copolímero também contém de 2% a 25%, preferivelmente, de 5% a 20%, de um co-monômero hidrofílico, preferivelmente um que possua funcionalidade de hidroxila, ácido carboxílico ou ácido sulfônico. Exemplos de co-monômeros hidrofílicos incluem 2-(met)acrilato de hidroxietila (HEMA ou HEA), ácido itacônico e ácido acrilamido-2-metilpropanossulfônico.

[0054] As composições aquosas da presente invenção contêm de 0,1% e preferivelmente não mais que 10% de polímero espessante; isto é, a quantidade total de copolímero(s) está nesta faixa. Preferivelmente, a quantidade de copolímero na composição aquosa é pelo menos 0,3%, mais preferivelmente, pelo menos 0,5%, mais preferivelmente, pelo menos 0,7%, e mais preferivelmente, pelo menos 1%. Preferivelmente, a quantidade de copolímero na composição aquosa não é maior que 7%, mais preferivelmente, não é maior que 5%, e mais preferivelmente, não é maior que 3%. Preferivelmente, o copolímero é um polímero acrílico. O copolímero, na dispersão aquosa ou em forma seca, pode ser misturado em um sistema aquoso para ser espessado, seguido, no caso de um espessante responsivo a pH, por uma adição adequada de material ácido ou básico caso necessário. No caso de espessantes responsivos a pH copoliméricos, o pH do sistema a ser espessado está em, ou é ajustado para, pelo menos 5, preferivelmente pelo menos 6, mais preferivelmente, pelo menos 7; preferivelmente, o pH é ajustado para não mais que 13. O agente neutralizante é preferivelmente uma base, tal como uma base amina ou um metal alcalino ou hidróxido de amônio, mais preferivelmente, hidróxido de sódio, hidróxido de amônio ou trietanolamina (TEA). Alternativamente, o copolímero pode ser primeiro neutralizado em dispersão aquosa e, em seguida, misturado. O surfactante preferivelmente é misturado na composição separadamente do copolímero antes da neutralização. O peso molecular do polímero não reticulado está tipicamente na faixa de cerca de 100.000 a 1 milhão.

[0055] No caso em que o polímero é reticulado, um agente de reticulação, tal como um monômero tendo dois ou mais grupos insaturados etilênicos, é incluído com os componentes de copolímero durante a

polimerização. Exemplos de tais monômeros incluem ftalato de dialila, divinilbenzeno, metacrilato de alila, diacrilobutileno ou dimetacrilato de etilenoglicol. Quando utilizado, a quantidade de agente de reticulação é tipicamente de 0,01% a 2%, preferivelmente, de 0,1 a 1%, e mais preferivelmente, de 0,2 a 0,8%, com base no peso dos componentes copoliméricos.

[0056] O copolímero pode ser preparado na presença de um agente de transferência de cadeia quando um agente de reticulação for utilizado. Exemplos de agentes de transferência de cadeia adequados incluem tetracloreto de carbono, bromofórmio, bromotriclorometano, e compostos tendo um grupo mercapto, por exemplo, mercaptanos de alquila de cadeia longa e tioésteres tal como dodecil-, octil-, tetradecil- ou hexadecil-mercaptanos ou butil-, iso-octil- ou dodecil-tioglicolatos. Quando utilizado, a quantidade de agente de transferência de cadeia é tipicamente de 0,01% a 5%, preferivelmente, de 0,1% a 1%, com base no peso dos componentes copoliméricos. Se o agente de reticulação for utilizado em conjunto com um agente de transferência de cadeia, que são operações conflitantes para propósitos de polimerização, não somente uma eficiência excepcional é observada, mas também uma compatibilidade muito alta com surfactantes hidrofílicos, conforme manifestada pela maior limpidez do produto.

[0057] Os polímeros espessantes de poliacrilato hidrofobicamente modificados são disponibilizados como polímeros Acusol pela Dow.

[0058] Um tipo de polímero alternativo ou adicional que pode ser utilizado é descrito no documento WO2011/117427 (Lamberti). Estes polímeros compreendem:

i) de 0,2 a 10% em peso de um agente espessante que é um poliacrilato expansível alcalino reticulado obtenível pela polimerização de:

a) de 20 a 70% em peso de um monômero insaturado monoetilenicamente contendo um grupo carboxílico;

b) de 20 a 70% em peso de um éster de ácido (met)acrílico;

c) de 0,05 a 3% em peso de um monômero insaturado contendo um ou mais grupos acetoacetila ou cianoacetila;

d) de 0,01 a 3% em peso de um monômero polietilenicamente insaturado;

e) de 0 a 10% em peso de um monômero associativo de acrílico não iônico;

ii) de 5 a 60% em peso de um componente detergente consistindo em pelo menos um composto selecionado dentre surfactantes aniônicos, surfactantes anfotéricos, surfactantes catiônicos, surfactantes zwitteriônicos, surfactantes não iônicos e misturas dos mesmos.

[0059] Tais poliacrilatos expansíveis alcalinos reticulados contendo um ou mais grupos acetoacetila ou cianoacetila possuem alta capacidade de espessamento na presença de surfactantes e eletrólitos, provêm soluções homogêneas e transparentes e possuem propriedades de suspensão e espessamento melhores em comparação com poliacrilatos expansíveis alcalinos reticulados da técnica anterior.

[0060] Polímeros espessantes reticulados deste tipo são disponibilizados como polímeros espessantes Viscolam pela Lamberti.

Partículas Suspensas

[0061] A composição preferivelmente compreende partículas suspensas. Estas partículas são preferivelmente sólidas; isto é, elas não são líquidas nem gás. Entretanto, dentro do termo sólido, incluímos partículas com cascas rígidas ou deformáveis que podem, então, conter fluidos. Por exemplo, as partículas sólidas podem ser microcápsulas, tal como encapsulados de perfume, ou aditivos de cuidado em forma encapsulada. As partículas podem tomar a forma de ingredientes insolúveis, tal como silicones, materiais de amônio quaternários, polímeros insolúveis, branqueadores ópticos insolúveis e outros agentes de benefício conhecidos, conforme descrito, por exemplo, no documento EP1328616. A quantidade de partículas suspensas pode ser de 0,001 até 10 ou mesmo 20% em peso. Um tipo de partícula sólida a ser suspensa inclui um sinal visual, por exemplo, o tipo de sinal de película plana descrito no documento EP13119706. O sinal pode conter um componente segregado da composição detergente. Devido ao fato de que o sinal deve ser solúvel em água, porém insolúvel na composição, ele é convenientemente feito de um álcool polivinílico modificado que é insolúvel na presença do sistema surfactante misto. Nesse caso, a composição detergente preferivelmente compreende pelo menos 5% em peso de surfactante aniônico.

[0062] As partículas suspensas podem ser de qualquer tipo. Isto inclui encapsulados de perfume, encapsulados de cuidado e/ou sinais visuais ou

opacificante sólido suspenso, tal como mica ou outros materiais perolizantes suspensos e misturas destes materiais. Quanto mais próxima a correspondência entre a densidade das partículas suspensas e a do líquido e quanto mais espesso o líquido antes da adição do estruturante externo, maior a quantidade de partículas que podem ser suspensas. Tipicamente, até 5% em peso de partículas suspensas podem ser suspensas estavelmente utilizando o sistema estruturante externo misto; entretanto, quantidades de até 20% em peso são possíveis.

[0063] A suspensão é atingida através da provisão de uma tensão de cedência. A tensão de cedência deve ser maior que a tensão imposta sobre a rede pelas microcápsulas ou sinais, caso contrário, a rede é perturbada e as partículas podem afundar ou flutuar dependendo do fato delas serem ou não mais densas do que o líquido de base. As microcápsulas de perfume são quase neutralmente flutuantes e pequenas, então, a tensão de cedência necessária é baixa. As bolhas de ar são maiores e possuem a maior diferença de densidade e, então, requerem uma maior tensão de cedência ($>0,5$ Pa, dependendo do tamanho da bolha). Se a tensão de cedência não for muito alta, as bolhas de ar podem escapar flutuando ou se desacoplando da superfície.

[0064] As microcápsulas preferivelmente compreendem uma casca sólida. As microcápsulas que portam uma carga aniônica devem ser bem dispersas para evitar problemas de aglomeração.

[0065] As microcápsulas com uma carga catiônica podem também ser utilizadas. A microcápsula pode ter uma casca de melanina formaldeído. Outro material de casca adequado pode ser selecionado dentre (poli)ureia, (poli)uretano, amido/polissacarídeo, xiloglucano e aminoplastos.

[0066] O diâmetro de partícula médio das microcápsulas reside na faixa de 1 a 100 micra e pelo menos 90% em peso das microcápsulas preferivelmente possui um diâmetro nesta faixa. Mais preferivelmente, 90% em peso das microcápsulas possui um diâmetro na faixa de 2 a 50 micra, ainda mais preferivelmente 5 a 50 micra. São mais preferidas microcápsulas com diâmetros menores que 30 micra.

[0067] É vantajoso ter uma distribuição de tamanho de partícula muito estreito, por exemplo, 90% em peso de microcápsulas na faixa de 8 a 11 micra. Microcápsulas na faixa de 2 a 5 micra não podem ser dispersas de maneira tão eficaz devido à alta área de superfície das partículas menores.

[0068] Preferivelmente, a composição compreende pelo menos 0,01% em peso de microcápsulas, preferivelmente, com uma carga aniônica. Tais microcápsulas podem administrar uma variedade de agentes de benefício pela deposição sobre substratos tal como tecidos de roupas. Para obter benefício máximo, elas devem ser bem dispersas na composição detergente líquida e a ampla maioria das microcápsulas não devem ser significativamente aglomeradas. Quaisquer microcápsulas que se tornem aglomeradas durante a fabricação do líquido permanecem assim no recipiente, e assim, serão dispensadas de maneira não uniforme durante o uso da composição. Isto é altamente indesejável. O conteúdo das microcápsulas é normalmente líquido. Por exemplo, fragrâncias, óleos, aditivos de amaciante de tecidos e aditivos de cuidados com tecidos são possíveis conteúdos. Microcápsulas preferidas incluem partículas chamadas microcápsulas núcleo em casca. Conforme utilizado neste documento, o termo microcápsulas núcleo em casca refere-se a encapsulados em que uma casca que é substancialmente ou totalmente insolúvel em água a 40 °C cerca um núcleo que compreende ou consiste em um agente de benefício (que é líquido ou disperso em um veículo líquido).

[0069] As microcápsulas adequadas incluem as descritas no documento US-A-5 066 419 que possuem um revestimento frágil, preferivelmente, um polímero aminoplástico. Preferivelmente, o revestimento é o produto de reação de uma amina selecionada dentre ureia e melamina, ou misturas dos mesmos, e um aldeído selecionado dentre formaldeído, acetaldeído, glutaraldeído ou misturas dos mesmos. Preferivelmente, o revestimento é de 1 a 30% em peso das partículas.

[0070] As microcápsulas de núcleo em casca de outros tipos são também adequadas para uso na presente invenção. As maneiras de fazer outras microcápsulas de agentes de benefício, tal como perfume, incluem precipitação e deposição de polímeros na interface, tal como coacervatos, conforme revelado nos documentos GB-A-751 600, US-A-3 341 466 e EP-A-385 534, bem como outras rotas de polimerização tal como condensação interfacial, conforme descrito nos documentos US-A-3 577 515, US-A-2003/0125222, US-A-6 020 066 e WO-A-03/101606. Microcápsulas tendo paredes de poliureia são reveladas nos documentos US-A-6 797 670 e US-A-6 586 107. Outros pedidos de patente, especificamente referentes ao uso de microcápsulas núcleo em casca de melamina formaldeído em líquidos

aquosos, incluem WO-A-98/28396, WO02/074430, EP-A-1 244 768, US-A-2004/0071746 e US-A-2004/0142868.

[0071] Os encapsulados de perfume são um tipo preferido de microcápsula adequado para uso na presente invenção.

[0072] Uma classe preferida de microcápsula de perfume núcleo em casca compreende as descritas no documento WO 2006/066654 A1. Estas compreendem um núcleo tendo de cerca de 5% a cerca de 50% em peso de perfume disperso em cerca de 95% a cerca de 50% em peso de um material veículo. Este material veículo preferivelmente é um material veículo de éster graxo ou álcool graxo sólido não polimérico. Preferivelmente, os ésteres ou álcoois possuem um peso molecular de cerca de 100 a cerca de 500 e um ponto de fusão de cerca de 37°C a cerca de 80°C, e são substancialmente insolúveis em água. O núcleo compreendendo o perfume e o material veículo são revestidos em um revestimento substancialmente insolúvel em água em suas superfícies externas. As microcápsulas similares são reveladas no documento US 5,154,842 e estas são também adequadas.

[0073] As microcápsulas podem se fixar a substratos adequados, por exemplo, para prover uma fragrância persistente que é desejavelmente liberada após o processo de limpeza ser concluído.

Composições Detergentes Líquidas

[0074] As composições detergentes possuem tensão de cedência suficiente, também chamada tensão crítica, de pelo menos 0,08 Pa, preferivelmente, pelo menos 0,09 Pa, mais preferivelmente, pelo menos 0,1 Pa, até mesmo pelo menos 0,15 Pa medida a 25°C. Estes níveis crescentes de tensão de cedência são capazes de suspender partículas de densidades cada vez mais diferentes do volume do líquido. Uma tensão de cedência de 0,09 Pa demonstrou ser suficiente para suspender a maioria dos tipos de encapsulados de perfume. A argila pura é instável e não pode prover estruturação eficaz de uma composição detergente isotrópica aquosa. O sistema estruturante externo misto também permanece disperso; nem flutuando (para fornecer separação de camada transparente inferior) nem afundando (para fornecer separação de camada transparente superior). Esta auto-suspensão é atingida pela garantia de que o sistema estruturante quer ocupar todo o volume do líquido detergente. Isto é uma função das quantidades de argila e de fibra cítrica ativada utilizadas. A obtenção disto somente da fibra cítrica ativada tem demonstrado gerar uma

tensão de cedência tão alta que bolhas de ar são suspensas e estas, em seguida, desestabilizam a rede estruturante.

[0075] O líquido detergente pode ser formulado como um líquido detergente concentrado para aplicação direta a um substrato, ou para aplicação a um substrato após diluição, tal como diluição antes ou durante o uso da composição líquida pelo consumidor ou no aparelho de lavagem.

[0076] A limpeza pode ser realizada ao simplesmente deixar o substrato em contato por um período de tempo suficiente com um meio líquido constituído por ou preparado a partir da composição de limpeza líquida. Preferivelmente, entretanto, o meio de limpeza sobre ou contendo o substrato é agitado.

Forma do Produto

[0077] As composições detergentes líquidas são preferivelmente composições de limpeza líquida concentradas. As composições líquidas são líquidos despejáveis.

[0078] Em todo este relatório descritivo, todas as viscosidades são as medidas em uma tensão de cisalhamento de 20 s^{-1} e a uma temperatura de 25°C , salvo indicação em contrário. Esta taxa de cisalhamento é a taxa de cisalhamento que é geralmente exercida sobre o líquido quando despejado de uma garrafa. As composições detergentes líquidas de acordo com a presente invenção são líquidos de refinamento por cisalhamento.

Processo de Fabricação

[0079] Nos maiores níveis de fibra cítrica ativada necessários para suspender partículas mais pesadas, a quantidade de água que pode ser removida da base para compor a pré-mistura separadamente se torna muito grande, então, a pós dosagem de uma pré-mistura estruturante não é uma opção viável. Em vez disso, composições detergentes estruturadas podem ser preparadas a partir da fibra ativada às quais os outros ingredientes são adicionados em sua ordem normal de adição. Além de permitir a incorporação do maior nível de fibra ativada no líquido detergente, isto possui a vantagem adicional de que a dispersão da fibra ativada por alto cisalhamento continua durante a adição dos ingredientes posteriores (incluindo a argila posteriormente adicionada) em vez de como uma etapa pós-cisalhamento, assim, reduzindo o tempo do lote. Descobrimos que a melhor prática é retirar o ar da composição

líquida antes de colocá-la nos recipientes. Entretanto, o sistema estruturante externo permite maior flexibilidade de processo, e esta etapa não é essencial.

Ingredientes Opcionais

[0080] A fibra cítrica ativada demonstrou ser compatível com ingredientes comuns que podem ser encontrados em líquidos detergentes. Dentre os quais podem ser mencionados, a título de exemplo: argilas espessantes; enzimas, particularmente: lipase, celulase, protease, manase, amilase e liase de pectato; polímeros de limpeza, incluindo iminas de polietileno etoxiladas (EPEI) e polímeros de liberação de sujeira de poliéster; agentes quelantes ou sequestrantes, incluindo HEDP (ácido 1-Hidroxietilideno-1,1,-difosfônico) que é disponibilizado, por exemplo como Dequest® 2010 pela Thermphos; reforçadores de detergência; hidrótopos; agentes de neutralização e ajuste de pH; branqueadores ópticos; antioxidantes e outros conservantes, incluindo Proxel®; outros ingredientes ativos, auxiliares de processamento, corantes ou pigmentos, veículos, fragrâncias, supressores de espuma ou reforçadores de espuma, agentes quelantes, agentes de remoção de sujeira/anti-redeposição de argila, amaciantes de tecidos, agentes de inibição de transferência de corante, e catalisador de metal de transição em uma composição substancialmente desprovida de espécies de peróxigênio.

[0081] Estes e outros possíveis ingredientes para inclusão são melhor descritos no documento WO2009 153184.

Acondicionamento

[0082] As composições podem ser acondicionadas em qualquer forma de recipiente. Tipicamente, uma garrafa plástica com um bico de fechamento/despejo destacável. A garrafa pode ser rígida ou deformável. Uma garrafa deformável permite que a garrafa seja espremida para ajudar na dispensação. Se garrafas transparentes forem utilizadas, elas podem ser feitas de PET. Polietileno ou polipropileno clarificado podem ser utilizados. Preferivelmente, o recipiente é transparente o suficiente para que o líquido, com qualquer sinal visual no mesmo, seja visível pelo lado de fora. A garrafa pode ser provida de um ou mais rótulos, ou de uma manga termo-retrátil que é desejavelmente pelo menos parcialmente transparente, por exemplo, 50% da área da manga é transparente. O adesivo utilizado para qualquer rótulo transparente não deve afetar a transparência de maneira adversa.

Exemplos

[0083] A presente invenção será agora descrita em referência aos seguintes exemplos não limitativos.

Medição de Curva de Fluxo Reológico

[0084] As curvas de fluxo reológico são geradas utilizando o seguinte protocolo de três etapas:

[0085] Instrumento - Paar Physica - MCR300 com Trocador de Amostras Automático (ASC)

[0086] Geometria - CC27, cilindro concêntrico DIN perfilado

[0087] Temperatura – 25 °C

[0088] Etapa 1 - etapas de tensão controlada de 0,01 a 400 Pa; 40 etapas espaçadas logaritmicamente em tensão com 40s sendo gastos em cada ponto para medir a taxa de cisalhamento (e assim, a viscosidade); a Etapa 1 é terminada uma vez que uma taxa de cisalhamento de $0,1 \text{ s}^{-1}$ é atingida.

[0089] Etapa 2 - etapas de taxa de cisalhamento controladas de 0,1 a 1200 s^{-1} ; 40 etapas logaritmicamente espaçadas em taxa de cisalhamento com 6 segundos sendo gastos em cada ponto para determinar a tensão necessária para manter a taxa de cisalhamento e, assim, a viscosidade.

[0090] Etapa 3 - etapas de taxa de cisalhamento controladas de 1200 a $0,1 \text{ s}^{-1}$; 40 etapas logaritmicamente espaçadas em taxa de cisalhamento com 6 segundos sendo gastos em cada ponto para determinar a tensão necessária para manter a taxa de cisalhamento e, assim, a viscosidade.

[0091] Os resultados das primeiras duas etapas são combinados, com cuidado para remover qualquer sobreposição e garantir que as taxas de cisalhamento necessárias sejam atingidas no início da etapa.

[0092] A tensão de cedência em Pa é tomada como o valor da tensão em uma taxa de cisalhamento de $0,1 \text{ s}^{-1}$. Isto é, o equivalente do cruzamento com o eixo y em um gráfico de Herschel-Buckley de tensão de cisalhamento em função da taxa de cisalhamento. A tensão de cisalhamento foi tomada como o ponto no qual os dados cortam a viscosidade = 10 Pa.s e a viscosidade foi tomada como a viscosidade a 20 s^{-1} ambas a 25 °C.

[0093] Abreviações utilizadas nestes exemplos possuem os seguintes significados:

[0094] A820 é polímero espessante Acusol 820 (ex: Dow).

[0095] A805S é polímero espessante Acusol 805S (ex: Dow).

[0096] Viscolam CK57 é um polímero espessante reticulado (CASE) ex Lamberti, conforme descrito no documento WO2011/117427.

[0097] ACF é pré-mistura 2% em peso de fibra cítrica ativada (500 Barg).

[0098] Água é Água Desmineralizada.

[0099] 5BMGX é Fluorescedor Tinopal da Ciba.

[0100] Glicerol é um hidrótopo.

[0101] MPG é Monopropilenoglicol (hidrótopo).

[0102] NI é Neodol 25-7 Não iônico da Shell.

[0103] NaOH é base de hidróxido de sódio 50%.

[0104] Ácido LAS é a forma ácida de Surfactante Aniônico de alquil benzeno sulfonato Linear.

[0105] MEA é base de Monoetanolamina.

[0106] TEA é base de Trietanolamina.

[0107] Prifac 5908 é ácido graxo saturado (sabão) da Croda.

[0108] SLES é Surfactante Aniônico SLES 3EO.

[0109] Dequest 2066 é sequestrante de Dietilenotriamina penta(metileno ácido fosfônico (ou DTPMP heptassódico) da Thermphos.

[0110] Dequest 2010 é sequestrante de HEDP (ácido 1 -hidroxietilideno-1,1,-difosfônico) da Thermphos.

[0111] EPEI é polietilenoimina etoxilada PEI60020EO Sokalan HP20 da BASF.

[0112] Encapsulados de perfume é Oasis Cap Det B72 da Givaudan.

[0113] Conservante é conservante antimicrobiano Proxel GXL™, uma solução 20% de 1,2 benzisotiazolin-3-ona em dipropilenoglicol e água da Arch Chemicals.

[0114] Corante é azul Patente e corante amarelo Ácido,

[0115] Opacificante é Acusol OP 301 da DOW

[0116] Perfume é perfume de óleo livre

[0117] Enzima é protease Savinase 16 L EX da Novozymes

Pré-Mistura de Fibra Cítrica Ativada

[0118] Uma pré-mistura de fibra cítrica ativada 2% em peso foi preparada utilizando os materiais fornecidos na tabela 1, de acordo com o seguinte método.

Tabela 1

Material	% Conforme fornecido	Peso (g)
Água Desmin.	97,92	1958,4
Proxel GXL	0,08	1,6
Herbacel AQ + tipo N	2,00	40,0

[0119] A água desmineralizada foi agitada utilizando um agitador com acionamento suspenso operado a 160 rpm. O conservante Proxel GXL foi adicionado. Em seguida, Herbacel AQ mais Fibra Cítrica N (da Herbafoods) foram adicionados gradualmente para garantir nenhuma aglutinação. A agitação prosseguiu por mais 15 minutos para permitir que as fibras se expandam o suficiente antes do estágio de ativação. O estágio de ativação foi realizado por homogeneização em alta pressão (HPH) a 500 barg.

Exemplos 1 a 4 - Líquidos Detergentes Estruturados

[0120] Os líquidos detergentes especificados nos seguintes exemplos foram feitos utilizando a pré-mistura de fibra cítrica ativada 2% em peso descrita acima. Uma pré-mistura suficiente recém preparada foi adicionada para fornecer o nível necessário de fibra cítrica ativada na composição final, e foi moída por 10 minutos. O polímero e os ingredientes restantes para compor o líquido foram, em seguida, combinados com esta mistura Os encapsulados de fragrância foram combinados por último, quando utilizados. A dispersão foi realizada utilizando um misturador em linha Silverson (L5T).

[0121] O teor de polímero e de fibra cítrica ativada dos líquidos é conforme indicado na Tabela 2. Duas bases de detergente foram utilizadas com três polímeros espessantes diferentes: Base A: Tabela 3, e Base B: Tabela 4.

Tabela 2

Exemplo	Base	ACF % em peso	Polímero % em peso e tipo
1	Base A	0,1	1,2 % em peso A805S
2	Base B	0,1	1,2% Viscolam CK 57
3	Base B	0,1	1,2% A820
4	Base B	0,1	1,2% A805S

Tabela 3 - Base A

Componente	% em peso
Águas e secundários	57,84
ACF	0,10
Polímero espessante**	1,20
Glicerol	5,00
MPG	2,00
NI	13,72
Ácido LAS	9,15
NaOH	1,20
Prifac 5908	1,50
TEA	1,69
Ácido Cítrico	0,00
SLES	4,57
Dequest 2066	0,34
Encapsulados de perfume (dispersão aquosa 50%)	0,30
Perfume	1,39
	100,00

* corante, fluorescedor, opacificante, enzimas.

** Viscolam CK57, Acusol 820, ou Acusol A805S.

Tabela 4 - Base B

Nome	% em peso
Águas e secundários	40,51
ACF	0,10
Polímero espessante**	1,20
MPG	11,00
Glicerol	5,00
NI	4,58
MEA	7,60

Ácido LAS	8,75
TEA	2,50
Ácido Cítrico	2,50
Prifac 5908	3,00
Dequest 2010	1,50
SLES	6,82
Sulfito de Sódio	0,25
EPEI	3,00
Encapsulados de Perfume	0,30
Perfume	1,39
TOTAL	100,00

* corante, fluorescedor, enzimas.

** Viscolam CK57, Acusol 820, ou Acusol A805S.

[0122] O co-estruturante misto de fibra cítrica ativada e polímero permite a suspensão de fragrância encapsulada, ou outros ingredientes de benefício, nos Exemplos 1 - 4.

Estabilidade Reológica de Líquidos Estruturados

[0123] A reologia do Exemplo 2 foi medida antes e após o armazenamento a 50°C. A viscosidade de despejo e a tensão de cedência estavam dentro de cerca de 10% dos valores originais após o armazenamento por 8 semanas. Exemplos adicionais foram testados e foi confirmado que para 0,15% de fibra cítrica ativada com 0,8% de Viscolam na Base B, a quantidade de sinérese foi baixa. A mesma estabilidade ou estabilidade melhor foi encontrada para a Base A.

Exemplos 5, 6 e Resíduos de Drenagem C

[0124] As composições adicionais foram preparadas utilizando polímeros na Base A. Os níveis de polímeros foram conforme indicados na Tabela 5. Os resíduos visíveis foram avaliados pela adição das composições a garrafas Nunc transparentes. A garrafa foi manipulada para garantir que a amostra umedeceu totalmente as paredes verticais e, em seguida foi deixada por alguns minutos para drenar. O resíduo de drenagem na parede resultante foi avaliado visualmente contra um líquido comparativo C feito utilizando a mesma base de detergente e estruturado com fibra cítrica ativada 0,25%. Em todos os casos,

os resíduos de drenagem dos exemplos de fibra cítrica ativada e de polímero de acordo com a presente invenção foram visivelmente menores que o exemplo comparativo de 0,25% em peso. 0,25% em peso foi escolhido como uma comparação realística, uma vez que esta é a quantidade de fibras cítricas necessária para suspender encapsulados de perfume de maneira estável. Também testamos polímeros adicionais em diferentes bases de detergente líquidas isotrópicas e atingimos o mesmo resultado.

Tabela 5

Exemplo	Base	ACF % em peso	Polímero % em peso e tipo	Resíduos de drenagem
5	Base A	0,10	1,2 % em peso A805S	Visivelmente reduzido
6	Base A	0,10	1,2% A820	Visivelmente reduzido
C	Base A	0,25	0	Severo

Reivindicações

1. Composição detergente líquida isotrópica aquosa externamente estruturada, **caracterizada por** compreender:

a) pelo menos 10% em peso de água,

b) pelo menos 3% em peso de surfactante detergente misto compreendendo surfactante aniônico,

c) pelo menos 0,025% em peso de estruturante externo de fibra cítrica ativada,

onde o líquido adicionalmente compreende pelo menos 0,1% em peso de polímero espessante de poliacrilato expansível em água e a viscosidade do líquido em 20 s^{-1} e 25°C é pelo menos 0,3 Pa.s.

2. Composição, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizada pela** viscosidade do líquido a 20 s^{-1} e 25°C ser pelo menos 0,4 Pa.s.

3. Composição, de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, **caracterizada por** apresentar uma tensão de cedência de pelo menos 0,1 Pa e adicionalmente compreender pelo menos 0,01% em peso de partículas suspensas.

4. Composição, de acordo com a reivindicação 3, **caracterizada pelas** partículas suspensas compreenderem microcápsulas.

5. Composição, de acordo com a reivindicação 4, **caracterizada pelas** microcápsulas compreenderem encapsulados de perfume.

6. Composição, de acordo com a reivindicação 3, **caracterizada pelas** partículas suspensas compreenderem sinais visuais.

7. Composição, de acordo com a reivindicação 6, **caracterizada pelos** sinais visuais serem partículas lamelares formadas por folhas de película de polímero.

8. Composição, de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, **caracterizada por** compreender pelo menos 1% em peso do polímero espessante.

9. Composição, de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, **caracterizada por** compreender adicionalmente um corante.