

88.598

MEMORIA DESCRITIVA

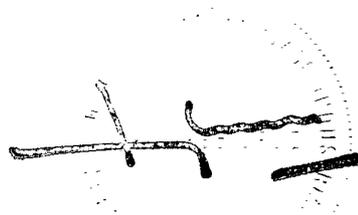
Resumo

O presente invento diz respeito a um processo para a preparação de uma composição detergente líquida aquosa tixotrópica para lavagem automática de louça, com melhores propriedades anti-formação de película e a um método para utilizar a composição detergente.

=====

COLGATE-PALMOLIVE COMPANY

"PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE UMA COMPOSIÇÃO DETERGENTE  
AQUOSA LIQUIDA TIXOTROPICA PARA LAVAGEM AUTOMATICA DE LOUÇA  
CONTENDO UM AGENTE ANTI-FORMAÇÃO DE PELICULA A BASE DE SILI  
CA"



O processo consiste em se incluir na referida composição detergente um agente anti-formação de película à base de sílica, sais estruturadores inorgânicos agente de branqueamento à base de cloro, detergente estável em presença do agente de branqueamento e um espessante tixotrópico. As composições apresentam uma reduzida formação de películas em pratos, copos, porcelana e afins, em especial em água dura, permanecendo estáveis contra separação de fases.

### CAMPO DO INVENTO

O presente invento diz respeito a um processo para a preparação de uma composição detergente líquida aquosa tixotrópica para lavagem automática de louça com melhores propriedades anti-formação de película e a um método para utilizar a composição detergente para lavar pratos, copos, artigos de porcelana e afins.

A composição para lavagem de pratos contem sílica, como agente anti-formação de película, sais estruturadores inorgânicos, agente de branqueamento à base de cloro, detergente estável em presença do agente de branqueamento e um espessante tixotrópico.

A composição detergente para lavagem de louça do presente invento reduz a formação de película nos pratos, copos, porcelana e afins, em especial em água dura, e permanece estável contra a separação de fases.

Mais especificamente, o invento diz respeito à utilização de sílica como um agente anti-formação da película em composições detergentes líquidas aquosas tixotrópicas para lavagem de louça, para reduzir a formação de película.

As composições detergentes não requerem a adição de um auxiliar do enxaguamento, são estáveis em armazém, não sedimentam e são rapidamente redispersíveis e derramáveis.

O presente invento diz ainda respeito a uma suspensão aquosa tixotrópica com uma melhor estabilidade física.

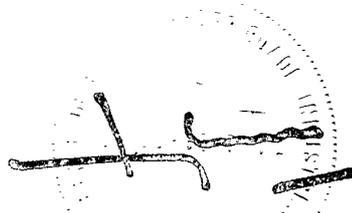
O invento diz respeito à utilização de ácidos gordos de cadeia longa, sais de metal de ácidos gordos e argila, como agentes tixotrópicos, para formação de suspensões líquidas estáveis de tipo gel adequadas para utilização como composições líquidas detergentes para máquina automática de lavar louça.

O presente invento diz especificamente respeito a composições detergentes líquidas aquosas para lavagem automática de louça, tendo propriedades tixotrópicas, melhores propriedades anti-formação de película e estabilidade física, que são rapidamente dispersíveis no meio de lavagem para fornecer uma eficaz limpeza de pratos, copos porcelana e afins.

#### ANTERIOR TECNICA DA ESPECIALIDADE

Os detergentes comercialmente existentes para máquinas de lavar louça domésticas, apresentados em forma de pó, têm algumas desvantagens, por ex., composição não uniforme, operações dispendiosas necessárias ao seu fabrico; tendência para empastar em armazém a elevadas humidades, resultando na formação de torrões que são difíceis de dispersar; poeira, uma fonte de particular irritação para utilizadores que sofrem de alergias; e tendência para empastar no dispositivo de distribuição da máquina.

No entanto, as formas líquidas das composições para lavagem de louça não podem ser geralmente utilizadas em máquinas de lavar louça automáticas devido aos elevados níveis de espuma, viscosidades inaceitavelmente baixas e alcalinidade excessivamente elevada.



Para além disso, os detergentes em pó presentemente utilizados requerem frequentemente um passo separado de limpeza e secagem manual, com um pano, dos pratos, copos, porcelana e afins, para eliminar os indesejáveis vestígios ou película de sais de cálcio e magnésio precipitados.

O emprego de composições detergentes liquidas apresentam outros problemas. Os sais estruturadores sedimentam em armazém e não são facilmente redispersos. As composições também se tornam frequentemente mais espessas em armazém e não são facilmente derramáveis.

A actividade recente de investigação e desenvolvimento tem-se centrado na forma em gel ou "tixotrópica" de tais composições, no entanto elas têm-se geralmente mostrado como sendo insuficientemente viscosas para permanecerem "ancoradas" no copo de distribuição da máquina de lavar e, para além disso, deixam resíduos em forma de manchas, nos pratos, copos, artigos de porcelana e afins.

De forma ideal, as composições tixotrópicas de limpeza devem ser altamente viscosas em estado de repouso, ter uma natureza plástica de "Bingham" e terem valores de cedência relativamente elevados.

Quando sujeitas, contudo, a tensões de corte, tal como quando são agitadas num recipiente ou espremidas através de um orifício, elas devem fluidificar rapidamente e, após cessação da tensão de corte aplicada, reverter rapidamente ao estado de elevada viscosidade/natureza plástica de "Bingham".

A estabilidade é igualmente de primeira importância, isto é, não deve haver uma significativa evidência de separação de fases ou ausência de estanqueidade após longo repouso.

Para uma utilização eficaz, é geralmente recomendado que o detergente para a lavagem automática de louça, daqui em diante também designado por DLA, contenha (1) tripolifosfato de sódio (NaTPF) para amaciar ou ligar os minerais da água dura e para emulsificar e/ou peptizar a sujidade; (2) silicato de sódio para fornecer a alcalinidade necessária para uma eficaz detergência e para dar protecção ao contorno e esmalte dos artigos de porcelana fina; (3) carbonato de sódio, geralmente considerado facultativo, para aumentar a alcalinidade; (4) um agente de libertação de cloro para ajudar à eliminação de manchas de sujidade que levam ao manchamento da água; e (5) supressor de espuma/agente tensio-activo para reduzir a espuma, aumentando assim a eficácia da máquina e fornecendo a necessária detergência.

Ver por exemplo SDA Detergents in Depth, "Formulations Aspects of machine Dishwashing", Thomas Oberle (1974). Os produtos de limpeza que se aproximam das composições atrás mencionadas são, na sua maior parte, líquidos ou pós.

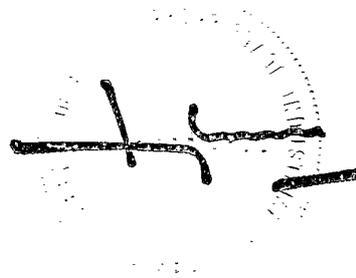
Em geral tais composições omitem o agente de branqueamento à base de hipoclorito, dado este ter tendência para reagir com outros ingredientes quimicamente activos, em especial, o agente tensio-activo, degradando assim o agente de suspensão ou tixotrópico e prejudicando a sua eficácia.

Por isso, a Patente dos E.U.A., nº 3.985.668 descreve produtos de limpeza desengorduradores abrasivos de consistência do tipo gel, contendo (1) agente de suspensão de preferência argila de tipos esmetite e atapulgite; (2) abrasivo, por ex., areia de silica ou perlite; e (3) agente de enchimento constituído por polimeros em pó de baixa densidade, perlite expandida e afins, que tem um poder flutuante e desse modo um efeito estabilizante na composição para além de funcionar como um agente dilatador, substituindo desse modo a água de outro modo disponível para formação da camada sobrenadante indesejável devido à ausência de estanqueidade e desestabilização de fases.

Os anteriores são os ingredientes essenciais. Os ingredientes facultativos incluem agente de branqueamento à base de hipoclorito, agente tensio-activo estável em presença do agente de branqueamento e solução tampão, por ex., silicatos, carbonatos, e monofosfatos.

Os estruturadores, nomeadamente NaPTF, podem ser incluídos como outros ingredientes facultativos, para fornecer ou completar a função estruturante não assegurada pela solução tampão, não excedendo a quantidade de tal estruturador 5% da composição total, de acordo com a patente.

A manutenção dos níveis desejados de pH igual (ou superior) a 10 é alcançada pelos componentes da solução tampão/estruturador. Um pH elevado é tido como reduzindo ao mínimo a decomposição do agente de branqueamento à base de cloro e a indesejável inter-acção entre o agente tensio-activo e o agente de branqueamento.



Quando presente, o NaTPF é limitado a 5%, como referido. Não é feita qualquer revelação quanto a um supressor de espuma.

Nos Pedidos de Patente do Reino Unido GB 2.116.199A, e GB 2.140.450A, ambos atribuídos a Colgate-Palmolive, são reveladas composições DLA líquidas que têm propriedades de caracterização desejavelmente tixotrópicas, de estrutura do tipo gel e que incluem cada um dos vários ingredientes necessários para uma eficaz detergência com uma máquina de lavar louça automática.

A composição detergente aquosa normalmente de tipo gel para máquina automática de lavar louça, tendo propriedades tixotrópicas, inclui os seguintes ingredientes, numa base em peso:

- (a) 5 a 35% de tripolifosfato de metal alcalino;
- (b) 2,5 a 20% de silicato de sódio;
- (c) 0 a 9% de carbonato de metal alcalino;
- (d) 0,1 a 5% de material activo detergente orgânico dispersível em água, estável em presença do agente de branqueamento à base de cloro;
- (e) 0 a 5% de supressor de espuma estável em presença do agente de branqueamento à base de cloro;
- (f) composto de branqueamento à base de cloro numa quantidade suficiente para fornecer cerca de 0,2 a 4% de cloro disponível;



- (g) agente espesante tixotrópico numa quantidade suficiente para fornecer à composição um índice de tixotropia de cerca de 2,5 a 10; e
- (h) hidróxido de sódio, quando necessário, para ajustar o pH.

As composições DLA assim formuladas são de fraca formação de espuma; são rapidamente solúveis no meio de lavagem e altamente eficazes a valores de pH que melhor conduzem a um melhor rendimento de limpeza, viz., pH 10,5-13,5. As composições têm normalmente a consistência do gel, isto é, um material altamente viscoso, opaco, de tipo geloso, tendo uma natureza plástica de "Bingham" e, por isso, valores de cedência relativamente elevados.

Nesta conformidade, é necessária uma determinada força de corte para iniciar ou aumentar o fluxo, tal como se obteria dentro do copo distribuidor em agitação de uma máquina automática de lavar louça em funcionamento.

Nestas condições, a composição é rapidamente fluidificada e facilmente dispersa. Quando a força de corte é interrompida, a composição fluida reverte rapidamente para um estado de elevada viscosidade e de natureza plástica de "Bingham" muito próximo da sua anterior consistência.

A Patente dos E.U.A. 4.511.487 de 16 de Abril de 1985 descreve uma pasta detergente de fraca formação de espuma para máquinas de lavar louça. A composição é baseada numa mistura de metassilicato de sódio hidratado finamente dividido, de um composto activo de cloro e de um agente espessante que é um silicato xistoso do tipo hectorite.



Pode-se utilizar uma pequena quantidade de derivados tensio-activos não-iônicos e carbonatos de metais alcalinos e/ou hidróxidos.

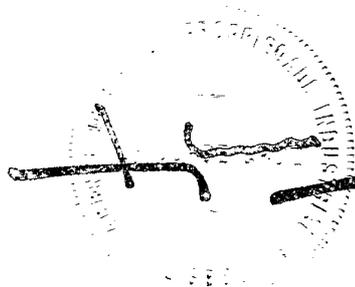
Um pedido afim igualmente pendente, que é atribuído ao requerente comum, é a série nº 816.535, depositado em 7 de Janeiro de 1987, que é aqui incorporado como referência. O pedido igualmente pendente revela uma composição detergente aquosa tixotrópica para lavagem automática de louça, que contém um ácido gordo de cadeia longa como agente espessante tixotrópico.

VANTAGENS SOBRE A ANTERIOR  
TECNICA DA ESPECIALIDADE

As composições detergentes líquidas aquosas tixotrópicas do presente invento superam muitos dos problemas da anterior técnica da especialidade associados aos detergentes líquidos e em pó.

Devido à adição de uma pequena quantidade eficaz de um agente de sílica anti-formação de película à composição, torna-se desnecessário juntar-se um auxiliar de enxaguamento e não é necessário limpar e secar com pano para se obter pratos, copos, chávenas e utensílios de cozinha limpos e brilhantes.

A composição detergente líquida aquosa tixotrópica tem as vantagens adicionais de ser estável, de não sedimentar em armazém, de ser prontamente redispersível. As composições líquidas do presente invento são facilmente derramáveis, de medição fácil e de fácil colocação nas máquinas de lavar louça.



Uma outra e inesperada vantagem de se adicionar o agente anti-formação de película à base de sílica à formulação detergente é o facto de a sílica inibir a formação de manchas castanhas na máquina de lavar louça. A mancha castanha resulta da deposição, na máquina, de óxidos de ferro e/ou manganês.

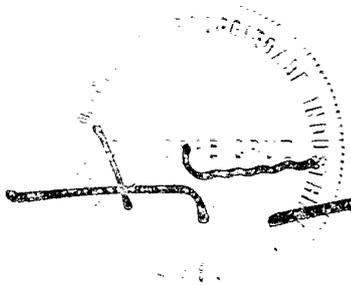
A formação de manchas castanhas é um problema particularmente grave em zonas de água dura. A sílica na formulação actua sobre o ferro e/ou manganês na água de lavar para evitar a sua deposição na máquina de lavar louça, na forma de óxidos de ferro e/ou manganês.

#### OBJECTIVOS DO PRESENTE INVENTO

É um objectivo do presente invento fornecer uma composição detergente líquida aquosa tixotrópica para máquina automática de lavar louça, que apresenta melhores propriedades anti-formação de película.

É um outro objectivo do invento fornecer uma composição detergente líquida aquosa tixotrópica que é estável em armazém, facilmente derramável e prontamente dispersível na água de lavar.

Um outro objectivo do invento é apresentar um método para lavar pratos, vidros, porcelana e afins numa máquina automática de lavar louça, utilizando-se uma composição detergente líquida aquosa tixotrópica, em que é desnecessário recorrer a um enxaguamento separado.



É ainda um outro objectivo do invento apresentar um método para lavar pratos, vidros, porcelana e afins, numa máquina automática de lavar louça, utilizando-se uma composição detergente líquida aquosa, pelo qual os copos, os pratos, os artigos de louça e afins são secos na máquina sem que neles sejam deixados resíduos ou uma película.

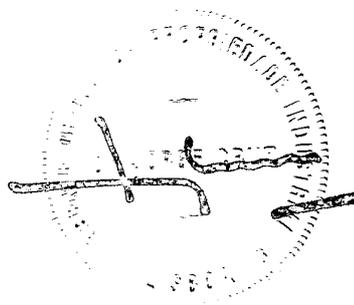
É um outro objectivo deste invento fornecer composições detergentes líquidas aquosas tixotrópicas estáveis, em especial composições detergentes para máquina automática de lavar louça, incorporando-se na suspensão aquosa uma pequena quantidade efectiva de um agente anti-formação de película à base de sílica.

Também se adiciona um quantidade menor de um ácido gordo, sal de metal de um ácido gordo e/ou agente tixotrópico espessante à base de argila para inibir a sedimentação das partículas em suspensão e para prevenir a separação de fases.

#### MEMORIA DESCRITIVA DO INVENTO

Estes e outros objectivos do invento, que se tornarão mais facilmente perceptíveis a partir da seguinte memória descritiva do invento e suas formas de realização, são alcançados pela incorporação, numa composição de detergente líquida aquosa, de uma pequena mas eficaz quantidade de um agente anti-formação de película à base de sílica.

A estabilidade física da composição melhora com a adição de um ácido gordo, sal de metal de um ácido gordo e/ou espessante tixotrópico à base de argila.

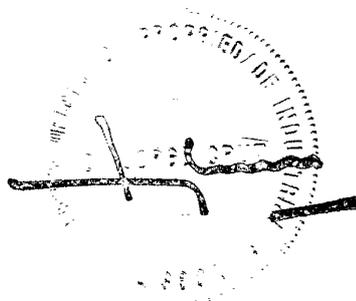


Mais particularmente, de acordo com uma forma específica e preferida de realização do invento, apresenta-se uma composição detergente, normalmente de tipo gel, para máquina automática de lavar louça, na qual se incorpora de cerca de 0,5 a 5% de um agente anti-formação de película à base de sílica.

O agente de formação de película à base de sílica tem uma dimensão de partículas de cerca de 0,1 a 10 microns. Numa forma de realização preferida do invento, adiciona-se à composição uma quantidade suficiente de um ácido gordo de cadeia longa ou um sal de metal de um ácido gordo de cadeia longa, ou um e outro dos anteriores em mistura com um espessante tixotrópico de argila para se obter um índice tixotrópico de cerca de 2,5 a 10 e para inibir a sedimentação das partículas em suspensão, nomeadamente sais estruturadores de metais alcalinos, etc.

De acordo com este aspecto, o presente invento fornece uma composição detergente líquida aquosa, normalmente de tipo gel, para máquina automática de lavar louça, tendo propriedades tixotrópicas, que inclui, numa base em peso:

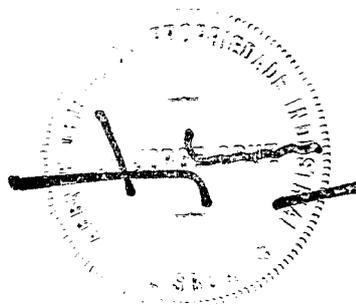
- (a) 5 a 35% de tripolifosfato de metal alcalino;
- (b) 2,5 a 40% de silicato de sódio;
- (c) 0,5 a 5% de agente anti-formação de película à base de sílica
- (d) 0 a 9% de carbonato de metal alcalino;



- (e) 0,1 a 5% de material activo detergente orgânico dispersível em água, estável em presença do agente de branqueamento à base de cloro;
- (f) 0 a 5% de supressor de espuma estável em presença do agente de branqueamento à base de cloro;
- (g) composto de branqueamento à base de cloro numa quantidade suficiente para fornecer cerca de 0,2% a 4% de cloro disponível;
- (h) o espessante tixotrópico numa quantidade suficiente para fornecer um índice tixotrópico de cerca de 2,5 a 10;
- (i) 0 a 8% de hidróxido de sódio; e
- (j) água a perfazer.

Igualmente com relação a este aspecto específico, o invento apresenta um método para lavar louça numa máquina automática com um banho de lavar aquoso contendo uma quantidade eficaz da composição detergente líquida da máquina automática de lavar louça (DLAL), como anteriormente descrito.

De acordo com este aspecto do invento, a composição DLAL pode ser rapidamente derramada para dentro do copo de distribuição da máquina automática de lavar louça e, em apenas alguns segundos, tornar-se-á espessa, voltando ao seu estado normal pastoso ou de tipo gel para permanecer segura dentro do copo de distribuição até lhe serem de novo aplicadas forças de corte, nomeadamente as desenvolvidas pelo jacto de água da máquina de lavar louça.



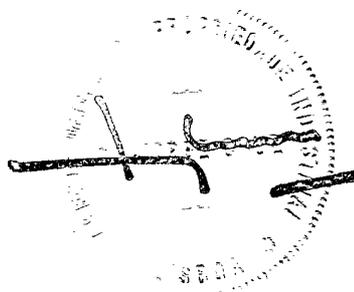
O invento será agora descrito em maior detalhe por meio das suas formas específicas de realização. Os produtos DLAL da anterior revelação, por exemplo, nas atrás mencionadas GB 2.116.199 A e GB 2.140.450 A apresentam propriedades reológicas do produto, em função da velocidade de corte.

As composições apresentavam uma maior viscosidade a uma baixa velocidade de corte e uma menor viscosidade a uma elevada velocidade de corte, indicando os dados uma eficiente fluidificação e gelificação bem dentro das velocidades de corte existentes dentro de uma máquina padrão de lavar louça.

Em termos práticos, isto significa melhores características de derramamento e processamento, bem como menor ausência de estanqueidade no copo de distribuição da máquina, em comparação com os anteriores produtos DLA líquidos ou em gel.

Para velocidades de corte aplicadas correspondentes a 3-30 rpm, as viscosidades (Brookfield) variavam, de forma correspondente, de cerca de 10000 a 30000 cps a cerca de 3000 a 7000 cps, conforme medição à temperatura ambiente por meio de um viscosímetro "LVT Brookfield" após 3 minutos utilizando-se um fuso nº 4. Uma velocidade de corte de  $7,4 \text{ sec}^{-1}$  corresponde a uma rpm, do fuso de cerca de 3.

Um aumento aproximado de 10 vezes na velocidade de corte produz uma redução na viscosidade de cerca de 3 a 9 vezes. As composições do anterior invento do requerente apresentam assim fluidificações de patamar a velocidades de corte inferior e de extensão significativamente maior em termos de aumentos crescentes em velocidade de



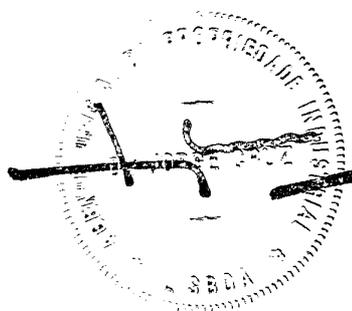
de corte versus diminuição crescente na viscosidade. Esta propriedade dos produtos DLAL do anterior invento é resumida em termos de um índice tixotrópico (IT)<sup>3</sup>, que é a relação da viscosidade aparente a 3rpm e a 30 rpm.

As anteriores composições têm um IT de 2 a 10. As composições DLAL devem apresentar um rápido e substancial retorno à anterior consistência em estado de repouso, quando a força de corte é interrompida.

Em termos de viscosidade aparente, verificou-se que, desde que a viscosidade à temperatura ambiente ( $22^{\circ} \pm 1^{\circ}\text{C}$ ) medida num viscosímetro "Brookfield HATD", utilizando-se um fuso número 4 a 20 rpm, seja inferior a cerca de 20000 cps, a composição pode ser prontamente agitada para que uma composição tixotrópica possa ser facilmente "fluidificada" ou "liquefeita" para permitir que o produto seja distribuído através de um frasco em forma de tubo comprimível convencional ou outro dispositivo de distribuição conveniente.

O presente invento baseia-se na descoberta surpreendente de se poderem obter propriedades anti-formação de película substancialmente melhores, adicionando-se à composição detergente líquida aquosa tixotrópica uma pequena quantidade eficaz de um agente anti-formação de película à base de sílica.

A estabilidade física, isto é, a resistência à separação de fases, sedimentação, etc., pode ser alcançada pela adição à composição de uma pequena mas eficaz quantidade de um espessante tixotrópico e de um agente estabilizante.



### AGENTES ANTI-FORMAÇÃO DE PELICULA

Os materiais de agente anti-formação de película à base de sílica, que podem ser utilizados, são de sílica natural ou sintética precipitada ou exalada. A sílica pode ser amorfa ou cristalina.

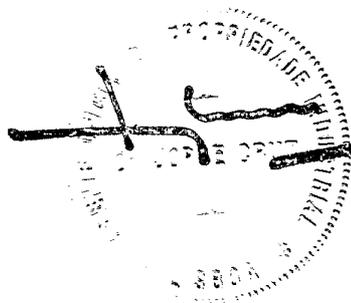
O material de sílica que é utilizado pode conter até cerca de 0,1 a 5% de alumina ( $Al_2O_3$ ), normalmente até cerca de 0,5 a 3%, e mais usualmente cerca de 1% de alumina, com base no peso de sílica.

Um material de sílica preferido é "Syloid 244", que é sílica amorfa, tem uma dimensão de partículas de cerca de 4 microns e é vendido por W.R. Grace Co. Um outro material de sílica adequado é "Silox 15", também de W.R. Grace Co., que tem uma dimensão de partículas de cerca de 4 microns.

Um outro material de sílica preferido é "Huber Zeo 49", que é sílica amorfa e é vendida por J.M. Huber Corporation e que contém cerca de 1% de alumina ( $Al_2O_3$ ). Verificou-se que a presença de tão pouco como 1% de  $Al_2O_3$  contribui para reduzir a hidrólise e subsequente solubilidade da sílica na composição detergente muito alcalina para lavagem automática de louça.

A dimensão das partículas do material de sílica que é utilizado é importante para que se alcancem as desejadas propriedades anti-formação de película.

As partículas de sílica utilizadas são, finamente divididas e podem ter uma dimensão de partículas de cerca de 0,10 a 10 microns, de preferência 0,50 a 8 microns e mais preferivelmente cerca de 1,0 a 5,0 microns.



As partículas de sílica deste tamanho e nesta quantidade aqui utilizadas não são abrasivas.

As partículas de sílica finamente dividida no banho de lavar louça actuam como coagulantes de sujidades proteicas em partículas, mantendo-as em suspensão para evitar que se depositem na louça limpa.

A quantidade de agente anti-formação de película à base de sílica que pode ser utilizada para que se obtenha a desejada melhoria na formação de película dependerá da dureza da água, do composto activo detergente, dos sais inorgânicos e de outros ingredientes do DLA. O agente anti-formação de película à base de sílica é particularmente eficaz em água de lavar dura de, por exemplo, 300 ppm de dureza ou mais.

A quantidade utilizada de agente anti-película à base de sílica pode ser cerca de 0,5 a 5%, de preferência cerca de 1 a 4% e mais preferivelmente cerca de 1,5 a 3%, em peso, com base no peso da composição total.

#### ESPESSANTES TIXOTRÓPICOS

Os espessantes tixotrópicos ou agentes de suspensão, que podem ser utilizados de acordo com o presente invento, para fornecerem ao meio aquoso as propriedades tixotrópicas, podem ser orgânicos, por exemplo, ácido gordo ou sais de metal polivalente de ácido gordo ou materiais de argila inorgânica que formam coloides.

Os espessantes tixotrópicos devem ser estáveis na presença de uma elevada alcalinidade e estáveis em presença de compostos de branqueamento à base de cloro,



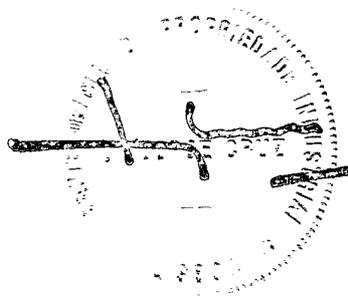
nomeadamente hipoclorito do sódio. Os espessantes tixotrópicos preferidos compreendem ácidos gordos, sais de metal polivalente de ácidos gordos e argilas inorgânicas, que formam coloides, dos tipos esmetite e/ou atapulgite.

A quantidade utilizada do espessante tixotrópico dependerá do espessante específico utilizado, mas deve-se adicionar à formulação espessante suficiente para fornecer à composição um índice de tixotropia de cerca de 2,5 a 10.

Os espessantes tixotrópicos de ácidos gordos preferidos são os ácidos monocarboxílicos gordos alifáticos superiores, tendo de cerca de 8 a cerca de 22 átomos de carbono, mais preferivelmente de cerca de 10 a 20 átomos de carbono, e muito preferivelmente de cerca de 12 a 18 átomos de carbono, inclusive o átomo de carbono do grupo carboxilo do ácido gordo.

O radical alifático pode ser saturado ou insaturado e pode ser linear ou ramificado. São preferidos ácidos gordos saturados de cadeia linear. Podem utilizar-se misturas de ácidos gordos, tais como os derivados de fontes naturais, nomeadamente ácido gordo de sebo, ácido gordo de coco, ácido gordo de soja, etc, ou de fontes sintéticas resultantes de processos de fabrico industriais.

Assim, os exemplos dos ácidos gordos que podem ser utilizados como espessantes incluem, por exemplo, ácido decanóico, ácido laurico, ácido dodecanóico, ácido palmético, ácido mirístico, ácido esteárico, ácido oleico, ácido eicosanóico, ácido gordo de sebo, ácido gordo de coco, ácido gordo de soja e misturas destes ácidos.



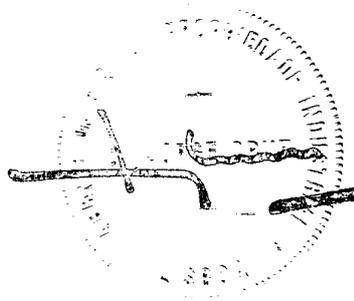
São preferidos o ácido esteárico e os ácidos gordos mistos, por ex., o ácido gordo de coco.

A quantidade do espessante de ácido gordo necessária para que se obtenham os desejados valores de tixotropia e estabilidade física dependerá de factores como a natureza do ácido gordo, composto activo detergente, sais inorgânicos, em especial TPF, outros ingredientes DLAL, bem como das condições de armazenamento e expedição antecipados.

Geralmente, contudo, as quantidades de agente tixotrópico de ácido gordo, que podem ser utilizadas situam-se na gama de cerca de 0,03 a 0,5%, de preferência de cerca de 0,03 a 0,2%, muito preferivelmente de cerca de 0,05 a 0,15%, e fornecem a desejada estabilidade de longo prazo e ausência de separação de fases.

Os sais de metal polivalente dos ácidos gordos anteriores podem ser também utilizados no presente invento, como agentes espessantes tixotrópicos. Os agentes espessantes tixotrópicos de sais de metal adequados são revelados no anterior pedido, série nº 903.924, depositado em 5 de Setembro de 1986, em nome de Drapier es al., que é aqui incorporado como referência.

Os metais preferidos são os metais polivalentes, nomeadamente magnésio, cálcio, alumínio e zinco. Em geral, os metais podem estar presentes no estado bivalente a pentavalente. De preferência, os sais de metal são utilizados nos seus estados de oxidação superior.



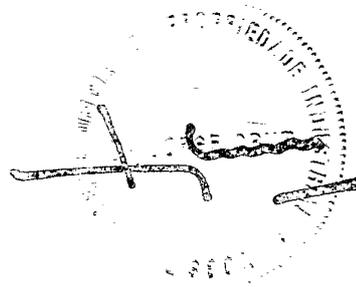
Como é evidente, para as composições DLAL, bem como quaisquer outras aplicações em que a composição do invento esteja ou possa vir a estar em contacto com artigos utilizados para o manuseamento, armazenagem ou serviço de produtos alimentares ou que de outro modo, possam entrar em contacto com, ou ser consumidos por pessoas e animais, o sal de metal deve ser seleccionado tendo-se em consideração a toxicidade do metal.

Para este fim, os sais de cálcio e magnésio são muito especialmente preferidos como aditivos geralmente seguros para os alimentos.

Muitos destes sais de metal encontram-se comercialmente disponíveis. Por exemplo, os sais de alumínio encontram-se na forma de triácidos, por ex., estearato de alumínio como tri-estearato de alumínio,  $\text{Al}(\text{C}_{17}\text{H}_{35}\text{COO})_3$ . Os sais monoácidos, por ex., mono-estearato de alumínio,  $\text{Al}(\text{OH})_2(\text{C}_{17}\text{H}_{35}\text{COO})$  e sais diácidos, por ex., di-estearato de alumínio,  $\text{Al}(\text{OH})(\text{C}_{17}\text{H}_{35}\text{COO})_2$ , e misturas de dois ou três dos sais mono-, di-, e tri-ácidos, podem ser utilizados para aqueles metais, por ex., Al, com valências de +3 e pode-se utilizar misturas dos sais mono- e diácidos para aqueles metais, por ex., Zn, com valências de +2.

É mais preferível que os diácidos dos metais com valência de +2 e os triácidos dos metais com valência de +3, os tetra-ácidos dos metais com valência de +4 e os penta-ácidos dos metais com valência de +5 sejam utilizados em quantidades predominantes.

Por exemplo, pelo menos 30%, de preferência pelo menos 50%, muito preferivelmente de 80% a 100% do sal de metal total deve estar no estado de oxidação mais elevado possível, isto é, cada um dos sitios possíveis de



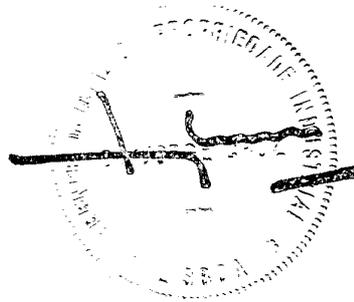
valência é ocupado por um residuo de ácido gordo.

Os sais de metal, como anteriormente mencionado, encontram-se em geral comercialmente disponiveis mas podem ser facilmente produzidos por, por ex., saponificação de um ácido gordo, por ex., gordura animal, ácido esteárico, etc. ou do correspondente éster de ácido gordo, seguida de tratamento com um hidróxido ou óxido de metal polivalente, por ex., no caso do sal de aluminio, com alumen, alumina, etc.

Os estabilizadores de sais de polivalentes de ácidos gordos preferidos são estearato de cálcio isto é, di-estearato de cálcio, estearato de magnésio, isto é, di-estearato de magnésio, estearato de aluminio, isto é, tri-estearato de aluminio e estearato de zinco, isto é, di-estearato de zinco.

Os sais de metal de ácidos gordos mistos, tais como os ácidos de derivação natural, por ex., ácido de coco, bem como ácidos gordos mistos resultantes do processo de fabrico comercial, são também utilizados com vantagem, como uma fonte não dispendiosa, mas eficaz, de ácido gordo de cadeia longa.

A quantidade dos estabilizadores de sal de ácido gordo necessária para se obter o desejado aumento de estabilidade fisica dependerá de factores como a natureza do sal de ácido gordo, a natureza e quantidade do agente tixotrópico, composto activo detergente, sais inorgânicos, em especial TPF, outros ingredientes do DLAL, bem como condições de armazenamento e expedição antecipados.



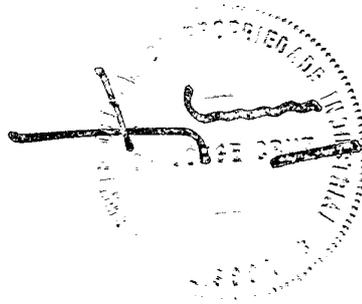
No entanto, em geral, quantidades de agentes estabilizantes de sais de metal polivalente de ácidos gordos na gama de cerca de 0,02 a 1%, de preferência de cerca de 0,06 a 0,8%, muito preferivelmente de cerca de 0,08 a 0,4%, fornecem uma estabilidade de longo prazo e ausência de separação de fases em repouso ou durante o transporte tanto a baixas como elevadas temperaturas, como necessárias para um produto comercialmente aceitável.

No presente invento pode-se ainda utilizar os espessantes de argila tixotrópicos inorgânicos convencionais. Os espessantes de argila podem ser utilizados em pequenas quantidades, em combinação com espessantes de ácidos gordos ou em combinação com espessantes de sais de metal polivalente de ácido gordo. Os espessantes de argila, no entanto, podem ser utilizados per se, como espessantes tixotrópicos.

Os espessantes de argila preferidos são constituídos por argilas inorgânicas, que formam coloides, dos tipos esmetite e/ou atapulgite.

As argilas esmetite incluem montmorilonite (bentonite), hectorite, atapulgite, esmetite, saponite, e afins. As argilas de montmorilonite são as preferidas e são vendidas com os nomes comerciais de "Thixogel" (Marca Registrada) No. 1 e "Gelwhite" (Marca Registrada) GP, H, etc., de Georgia Kaolin Company; e "Eccagum" (Marca Registrada) GP, H, etc., de Luthern Clay Products.

As argilas de atapulgite incluem os materiais vendidos com o nome comercial de "Altagel" (Marca Registrada), isto é, "Altagel 40", "Altagel 50" e "Altagel 150" de Engelhard Minerals & Chemicals Corporation.



São aqui igualmente uteis misturas de de tipos esmetite e atapulgite em relações em peso de 4:1 a 1:5. Os agentes espessantes ou de suspensão dos tipos anteriores são bem conhecidos da técnica da especialidade, sendo descritos, por ex., na Patente dos E.U.A. nº 3.985.668 anteriormente referida. Os abrasivos ou agentes de polimento devem ser evitados nas composições DLAL, porque podem danificar a superfície de louça fina, cristais, etc.

Quando utilizados em combinação com os ácidos gordos ou sais de metal polivalente de ácidos gordos, os agentes espessantes tixotrópicos à base de argila são utilizados em quantidades de 0,1 a 3%, de preferência 0,1 a 2,5% e mais preferivelmente de 0,1 a 2%.

Quando os espessantes tixotrópicos à base de argila são utilizados sozinhos como agente espessante tixotrópico, eles podem ser utilizados em quantidades de cerca de 1,5 a 8%, de preferência 2 a 5%, em peso, da formulação.

Em geral, a eficácia do DLAL está directamente relacionada com (a) níveis de cloro disponível; (b) alcalinidade; (c) solubilidade em meio de lavagem; e (d) inibição de espuma. É preferível para este fim que o pH da composição DLAL seja de pelo menos 9,5, mais preferivelmente de cerca de 10,5 a 13,5 e mais preferivelmente pelo menos cerca de 11,5.

A valores de pH relativamente inferiores, o produto DLAL é demasiado viscoso, isto é, semelhante a um sólido e, desse modo não rapidamente fluidificável em níveis de força de corte criados dentro do copo de distribuição nas condições normais de funcionamento da máquina.

Assim, é frequentemente necessária a adição de NaOH para aumentar o pH para níveis dentro das gamas acima referidas e para aumentar as propriedades de fluidez. A presença de carbonato é também frequentemente requerida para este fim, dado ele actuar como uma solução tampão ajudando a manter o desejado nível do pH.

Deve-se evitar, contudo, carbonato em excesso dado ele poder causar a formação de cristais de carbonato aciculados, prejudicando desse modo a estabilidade, tixotropia e/ou detergência do produto DLAL, e prejudicando também a dispersibilidade do produto de, por ex., frascos em forma de tubo comprimível. A soda cáustica (NaOH) tem ainda a função de neutralizar o supressor de espuma de éster de ácido fosfórico ou fosfónico, quando presente.

São típicas quantidades de cerca de 0,5 a 3%, em peso, de NaOH e cerca de 2 a 9%, em peso, de carbonato de sódio na composição DLAL, embora seja de notar que uma alcalinidade suficiente pode ser fornecida pelo NaTPF e silicato de sódio. O NaTPF pode ser utilizado na composição DLAL numa gama de cerca de 8 a 35%, em peso, de preferência cerca de 20 a 30%, em peso, e deve de preferência ser isento de metal pesado que tende a decompor ou inactivar o hipoclorito de sódio preferido e outros compostos de branqueamento à base de cloro.

O NaTPF pode ser anidro ou hidratado, incluindo o hexahidrato estável com um grau de hidratação de 6, correspondendo a cerca de 18%, em peso, de água ou mais.

De facto, dada a estabilidade do hexahidrato, a presença de alguma água de hidratação é altamente eficaz, servindo, segundo se pensa, para formar sementes

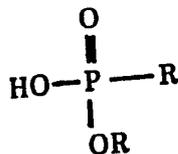
do hexa-hidrato estável que expede hidratação e solubilização das partículas de NaTPF restantes. Se se utilizar apenas hexa-hidrato, o produto detergente pode ser demasiado líquido. Pelo contrário, se apenas se utiliza o NaTPF anidro o produto pode, nalguns casos, ser demasiado espesso e, por isso, impróprio.

As composições DLAL especialmente preferidas são obtidas, por exemplo, quando se utiliza uma relação, em peso, de 0,5:1 a 2:1 de NaTPF anidro para hexa-hidrato, sendo particularmente superidos valores de cerca de 1:1.

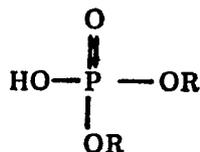
A inibição de espuma é importante para aumentar a eficácia da máquina de lavar louça e para reduzir ao mínimo os efeitos desestabilizantes que poderiam ocorrer devido à presença de espuma em excesso dentro da máquina durante a lavagem. A espuma pode ser suficientemente reduzida pela selecção adequada do tipo e/ou quantidade de material activo detergente, o principal componente produtor de espuma.

O grau de espuma está também um pouco dependente da dureza da água de lavar na máquina, por isso um ajustamento adequado das proporções de NaTPF, que tem um efeito amaciador da água, pode contribuir para fornecer o desejado grau de inibição de espuma. No entanto, é geralmente preferível incluir um inibidor ou supressor de espuma estável em presença do agente de branqueamento à base de cloro.

São particularmente eficazes os ésteres alquílicos de ácido fosfórico da fórmula

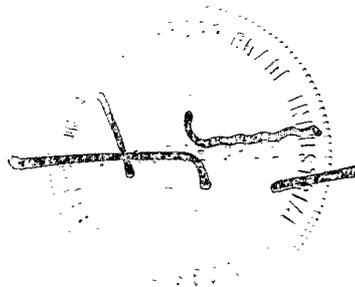


vendidos, por exemplo, por BASF - Wyandotte (PCUK - PAC), e em especial os ésteres alquílicos de fosfato ácido da fórmula



vendidos, por exemplo, por Hooker (SAP) e Knapsack (LPKN - -158), em que um ou ambos grupos R em cada tipo de éster podem representar, independentemente, um grupo alquílico C<sub>12-20</sub>. Podem-se utilizar misturas dos dois tipos ou de quaisquer outros tipos estáveis em presença do agente de branqueamento à base de cloro, ou misturas de mono- e di-ésteres do mesmo tipo.

É especialmente preferida uma mistura de ésteres mono- e dialquílicos C<sub>16</sub>-C<sub>18</sub> de fosfato ácido, tais como monostearil/distearil-fosfatos ácidos 1,2/1 ("Knapsack"). Quando se utiliza supressor de espuma na composição, são típicas proporções de 0,01 a 5%, em peso, de preferência 0,1 a 5%, em peso, e em especial cerca de 0,1 a 0,5%, em peso, variando a relação em peso de componente activo detergente para supressor de espuma geralmente de cerca de 10:1 a 1:1 e de preferência de cerca de 4:1 a 1:1.



Outros supressores de espuma que podem ser utilizados, incluem, por exemplo, os conhecidos silicões.

Embora se possa utilizar nas composições deste invento qualquer composto de branqueamento à base de cloro, tal como dicloro-isocianurato, dicloro-dimetil-hidantoina, ou TSF clorado, é preferido um metal alcalino, por ex., hipoclorito de sódio, em especial, ou potássio, lítio e magnésio. A composição deve conter composto de branqueamento à base de cloro suficiente para fornecer cerca de 0,2 a 4,0%, em peso, de cloro disponível, como determinado, por exemplo, por acidificação de 100 partes da composição com ácido clorídrico em excesso.

Uma solução contendo cerca de 0,2 a 4,0%, em peso, de hipoclorito de sódio contém ou fornece quase a mesma percentagem de cloro disponível. Uma solução contendo cerca de 0,8 a 1,6%, em peso, de hipoclorito de sódio, contém cerca de 0,8 a 1,6%, em peso, de cloro disponível, e é especialmente preferida.

Por exemplo, pode-se utilizar com vantagem uma solução de hipoclorito de sódio ( $\text{NaOCl}$ ) com cerca de 11 a cerca de 13% de cloro disponível, em quantidades de cerca de 3 a 20%, de preferência cerca de 7 a 12%.

O silicato de sódio, que fornece alcalinidade e protecção de superfícies duras, nomeadamente ao esmalte e contorno de porcelana fina, é utilizado numa quantidade que varia de cerca de 2,5 a 40%, em peso, de preferência cerca de 10 a 35%, em peso, na composição. O silicato de sódio também protege a máquina de lavar da corrosão.

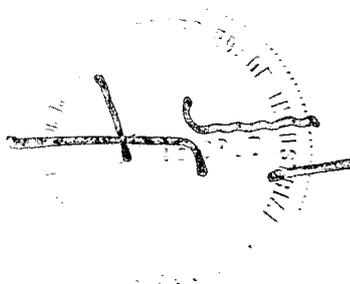
Nos níveis superiores aqui indicados, por exemplo, a níveis superiores a cerca de 10%, em peso, o silicato também fornece uma maior acção anti-formação de manchas. O silicato de sódio é geralmente adicionado na forma de uma solução aquosa, tendo de preferência uma relação  $\text{Na}_2\text{O}:\text{SiO}_2$  de cerca de 1:2,2 a 1:2,8, por exemplo, 1:2,4.

A maior parte dos outros componentes da composição, em especial NaOH, hipoclorito de sódio e supressor de espuma, podem ser também adicionados na forma de uma solução ou dispersão aquosa.

O material activo detergente util para este fim deve ser estável em presença do agente de branqueamento à base de cloro, em especial agente de branqueamento à base de hipoclorito e são preferidos os dos tipos de agentes tensio-activos dispersíveis em água, orgânicos aniónicos, óxido de amina, óxido de fosfina, sulfóxido ou betaina, sendo os mais preferidos os aniónicos primeiramente mencionados.

Eles são utilizados em quantidades que variam entre cerca de 0,1 e 5%, de preferência entre cerca de 0,3 e 2,0%. Os agentes tensio-activos particularmente preferidos para este fim são os mono- e/ou di-( $\text{C}_{8-14}$ )-alquil-difenil-óxido mono- e/ou dissulfonatos de metal alcalino lineares ou ramificados, comercialmente disponíveis como, por exemplo, "DOWFAX" (Marca Registada) 3B-2 e "DOWFAX" 2A-1".

Para além disso, o agente tensio-activo deve ser compatível com os outros ingredientes da composição. Outros agentes Tensio-activos adequados incluem os alquil-sulfatos primários, alquil-sulfonatos, alquil-aril-sulfonatos e sec.-alquil-sulfatos.



Os exemplos incluem alquil  $C_{10-18}$ -sulfatos de sódio, tais como dodecil-sulfato de sódio e álcool-sulfato de sebo e sódio; alcanos- $C_{10-18}$  sulfonatos de sódio, tais como hexadecil-1-sulfonato de sódio e alquil  $C_{12-18}$ -benzeno-sulfonatos de sódio, tais como dodecil-benzeno-sulfonatos de sódio.

Podem também utilizar-se os correspondentes sais de potássio. Tal como outros agentes tensio-activos adequados, ou detergentes, os agentes tensio-activos de óxido de amina são tipicamente da estrutura  $R_2R^1NO$ , em que cada R representa um grupo alquilo inferior, por exemplo, metilo, e  $R^1$  representa um grupo alquilo de cadeia longa tendo de 8 a 22 átomos de carbono, por exemplo um grupo laurilo, miristilo, palmitilo ou cetilo.

Em vez de um óxido de amina, pode utilizar-se um agente tensio-activo correspondente, óxido de fosfina  $R_2R^1PO$  ou sulfóxido  $RR^1SO$ . Os agentes tensio-activos de betaina são tipicamente da estrutura  $R_2R^1N-R''COO^-$ , em que cada R representa um grupo alquilenos inferior tendo de 1 a 5 átomos de carbono.

Os exemplos específicos destes agentes tensio-activos são óxido de lauril-dimetilamina, óxido de miristil-dimetil-amina, os correspondentes óxidos de fosfina e sulfóxidos, e as correspondentes betainas, incluindo acetato de dodecil-dimetil-amónio, pentanoato de tetradecil-dietil-amónio, hexanoato de hexadecil-dimetil-amónio e afins.

Por questões de biodegradabilidade, os grupos alquilo nestes agentes tensio-activos devem ser lineares, sendo preferidos tais compostos.

Os agentes tensio-ativos do tipo anterior, todos bem conhecidos na técnica da especialidade, são descritos, por exemplo, nas Patentes dos E.U.A. nos 3.985.668 e 4.271.030.

A quantidade de água contida nestas composições não deve, evidentemente, nem ser tão elevada que produza uma viscosidade indevidamente baixa e fluidez, nem tão reduzida que produza uma viscosidade indevidamente elevada e uma reduzida fluência, sendo em ambos os casos reduzidas ou destruídas as propriedades tixotrópicas. Uma tal quantidade é facilmente determinada por experimentação de rotina em qualquer caso específico, normalmente variando entre cerca de 25 a 75%, em peso, de preferência cerca de 50 a 65%, em peso.

A água deve ser também desionizada ou amaciada. Estas quantidades de água na composição incluem a água adicionada como partes das soluções líquidas de outros ingredientes, mas não incluem água ligada, por exemplo, a do hexa-hidrato de NaTPF.

Pode-se incluir nestas composições outros ingredientes convencionais, em pequenas quantidades, geralmente inferiores a cerca de 3%, em peso, tal como perfume, agentes hidrotrópicos tal como benzeno, tolueno, xileno e cumeno-sulfonatos de sódio, conservantes, corantes, pigmentos e afins, sendo evidentemente todos estáveis em presença do composto de branqueamento à base de cloro e elevada alcalinidade (propriedades de todos os componentes).

Como corantes, são especialmente preferidas as ftalocianinas cloradas e polissulfetos de aluminossilicato que fornecem, respectivamente, cores agradáveis verde e azul.

As composições DLA líquidas deste invento são de fácil utilização, na maneira conhecida para lavar pratos, vidros, copos, utensílios de cozinha e afins, numa máquina automática de lavar louça, equipada com um dispositivo de distribuição do detergente adequado, numa banho de lavar aquoso contendo uma quantidade eficaz da composição.

Numa forma preferida de realização do invento, a composição detergente líquida aquosa para lavagem de louça é formulada utilizando-se os ingredientes a seguir mencionados.

<u>Componente</u>	<u>Percentagem em peso</u>
Tripolifosfato de metal alcalino	10 - 25
Silicato de sódio (47,5%)	15 - 40
Agente anti-formação de película à base de sílica	1 - 4
Carbonato de metal alcalino (anidro)	2 - 8
Material activo detergente orgânico, dispersível em água, estável em presença do agente de branqueamento à base de cloro	0,5 - 3
Supressor de espuma estável em presença do agente de branqueamento à base de cloro	0,10 - 3
Composto de branqueamento à base de hipoclorito de sódio	0,2 - 4
Espessante tixotrópico de ácido gordo	0,03 - 5
Hidróxido de sódio (50%)	2 - 6
Água a perfazer	---

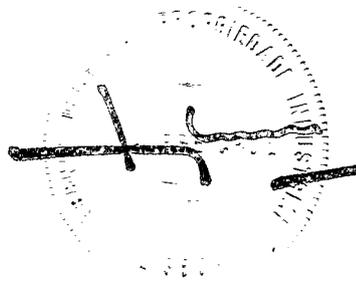
As composições detergentes líquidas aquosas tixotrópicas para lavagem automática de lavar louça do presente invento podem conter os aditivos convencionais das composições detergentes para lavagem de louça.

As formulações podem ser preparadas com estruturadores sólidos em pó, comercialmente disponíveis, e/ou os ingredientes podem ser misturados e as formulações sujeitas a moagem para se obter a desejada dimensão de partículas.

O invento pode ser posto em prática de várias maneiras e descrever-se-á uma série de formas específicas de realização para ilustrar o invento, com referência aos exemplos anexos.

Todas as quantidades e proporções aqui referidas são percentagens, em peso, da composição, salvo indicação em contrário.

O presente invento é ainda ilustrado pelos exemplos seguintes.



### Exemplo 1

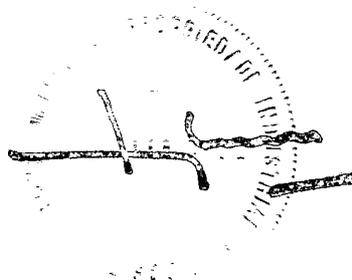
Faz-se a formulação de uma composição detergente líquida aquosa tixotrópica, para lavagem automática dalouça, a partir dos seguintes ingredientes, nas quantidades indicadas.

<u>Componente</u>	<u>Percentagem em peso</u>
Água Desionizada	26,26
Supressor de espuma "Knapsack LPKN-158" (1)	0,16
Hidróxido de sódio (50%)	5,00
Carbonato de sódio (anidro)	5,00
Tripolifosfato de sódio (anidro)	20,00
Agente anti-formação de película à base de sílica (2)	2,00
Espessante tixotrópico de ácido esteárico	0,10
Agente tensio-activo "DOWFAX 3B-2" (3)	0,80
Hipoclorito de sódio (11%)	9,10
Silicato de sódio (1/2,23 - 47%)	<u>31,58</u>
	100,00

(1) Mistura de esteres mono e distearil-alquílicos ( $C_{16}-C_{18}$ ) de ácido fosfórico, relação mol 1:1,3.

(2) Sílica "Syloid 244" tem uma dimensão de partículas de cerca de 4 micron e é vendida por W.R. Grace Co.

(3) Eter mono- e didecil-difenil-dissulfonato de Na (solução a 45%).

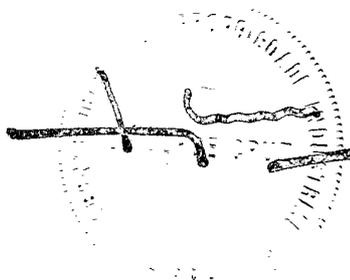


O ácido esteárico é fundido e os ingredientes são adicionados à água geralmente pela ordem referida, sob agitação suave, até se obter uma mistura homogênea. A formulação é submetida a teste, lavando-se copos e pratos a uma temperatura de 55°C (130°F) em água dura (300 ppm de dureza) numa máquina automática de lavar louça e verificou-se que os pratos lavados e secos não tinham uma película aparente.

#### Exemplo 2

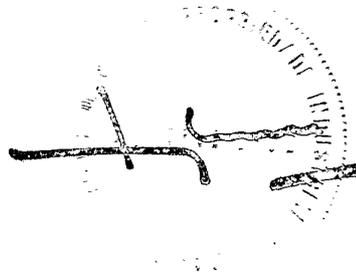
Para se demonstrar o efeito da adição do agente anti-formação de película à base de sílica, prepararam-se formulações com e sem o agente anti-formação de película à base de sílica e faz-se a sua comparação com uma composição detergente em pó comercialmente disponível.

As composições são formuladas contendo os seguintes ingredientes:



<u>Componente</u>	<u>Agente anti-formação de película à base de sílica</u>	<u>Agente anti-formação de película, sem sílica</u>
Água desionizada	32,05	34,55
Supressor de espuma "Knapsack LPKN-158"	0,16	0,16
Hidróxido de sódio(50%)	5,00	5,00
Carbonato de sódio(anidro)	5,00	5,00
Tripolifosfato de sódio (anidro)	20,00	20,00
Agente anti-formação de película à base de sílica ("Syloid 244")	2,50	---
Espessante tixotrópico de ácido esteárico	0,10	0,10
Agente tensio-activo "DOWFAX 3B-2"	0,80	0,80
Hipoclorito de sódio(11%)	9,10	9,10
Silicato de sódio (1/2,23-47%)	<u>25,29</u>	<u>25,29</u>
	100,00	100,00

O ácido esteárico é fundido e os ingredientes são adicionados à água geralmente na ordem indicada, sob agitação suave, até se obter uma mistura homogênea. A formulação é submetida a teste, lavando-se copos a 55°C (130°F) em água dura (300 ppm de dureza).



As duas formulações anteriores (A) e (B) foram testadas e comparadas com uma formulação (C) de detergente em pó, para máquina automática de lavar louça, comercialmente disponível. As formulações foram testadas numa máquina automática de lavar louça "Kenmore", seguindo-se o procedimento descrito em ASTM D 3566-79, com a excepção de se utilizar apenas quatro ciclos de lavagem.

A formação de película e manchas foi avaliada de acordo com as seguintes escalas:

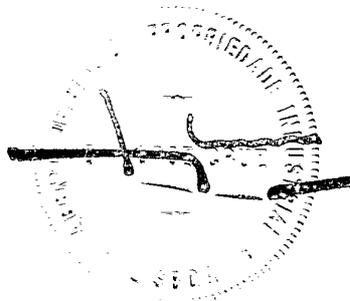
Escala de formação de película

1. Muito bom, sem película aparente.
2. Ligeira formação de película, a tornar-se aparente.
3. Película visível, a aumentar .
4. Aumento contínuo de película significativa.
5. Formação de película tornando-se excessiva.
6. Elevada formação de película, formação excessiva.
7. Aumento contínuo de película excessiva.

Escala de formação de manchas

- A - Muito bom - sem manchas
- B - Muito poucas manchas aparentes
- C - Distintas
- D - Cobertura significativa aproximadamente 50%.

Os resultados obtidos no quarto ciclo, são indicados no Quadro I seguinte.

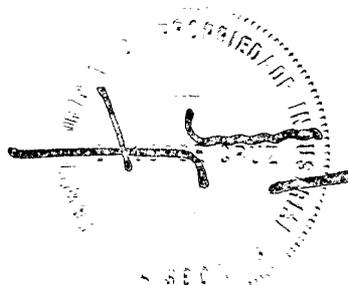


QUADRO 1

<u>Formulação</u>	<u>Avaliação de "Performance"</u>	
	<u>Manchas</u>	<u>Película</u>
(A) Agente anti-formação de película à base de sílica	B-C	1-2
(B) Agente anti-formação de película sem sílica	B-C	5-6
(C) Detergente comercial em pó	B-C	4-5

Exemplo 3

Faz-se a formulação de composições de detergentes líquidas aquosas tixotrópicas para lavagem automática de louça a partir dos seguintes ingredientes, nas quantidades indicadas.

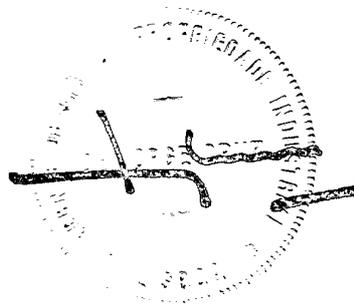


<u>Componente</u>	(D) <u>Agente anti-for- mação de película à base de sílica</u>	(E) <u>Agente anti-for- mação de película sem sílica</u>
Água desionizada	32,638	34,638
Pigmento verde "Graptol"	0,002	0,002
Supressor de espuma "Knapsack LPKN-158"	0,160	0,160
Hidróxido de sódio (50%)	5,000	5,000
Carbonato de sódio(anidro)	5,000	5,000
Silicato de sódio (1/2,35-43,5%)	25,300	25,300
Tripolifosfato de sódio (anidro)	20,000	20,000
Agente anti-formação de película à base de sílica <sup>(1)</sup>	2,000	---
Agente tensio-activo "DOWFAX 3B-2" <sup>(2)</sup>	0,800	0,800
Ácido esteárico <sup>(3)</sup>	0,100	0,100
Hipoclorito de sódio(11%)	<u>9,000</u>	<u>9,000</u>
	100,000	100,000

(1) A sílica (Huber Z e o 49) contém cerca de 1% de alumina ( $Al_2O_3$ ) e tem uma dimensão de partículas de cerca de 9 microns.

(2) Éter mono e didecil-di-fenil-dissulfonato de Na (solução a 45%)

(3) "Emersol 132" vendido por Emery Company.



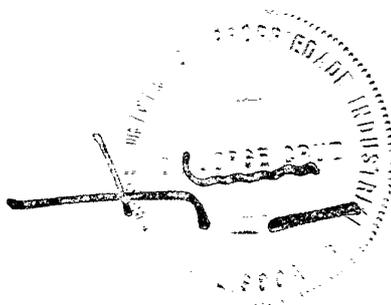
O ácido esteárico é fundido e os ingredientes são adicionados à água, geralmente na ordem indicada, sob agitação suave, até se obter uma mistura homogênea.

As formulações são submetidas a teste, lavando-se copos e pratos a uma temperatura de aproximadamente 55°C (130°F) em água dura (300 ppm de dureza). As duas formulações foram testadas e comparadas com uma formulação (F) detergente em pó comercial, para lavagem automática de louça.

As formulações foram testadas numa máquina "Kenmore", utilizando-se o procedimento descrito em "ASTMD 3566-79", com a exceção de se utilizarem apenas quatro ciclos de lavagem. Fez-se a avaliação de formação de manchas e película, como no Exemplo 2, e os resultados obtidos no quarto ciclo são indicados a seguir no Quadro 2.

QUADRO 2

	<u>Avaliação de "Performance"</u>	
	<u>Manchas</u>	<u>Película</u>
(D) Agente anti-formação de Película à base de sílica	B-C	1-2
(E) Agente anti-formação de película, sem sílica	B-C	4
(F) Detergente comercial em pó	B-C	5-6

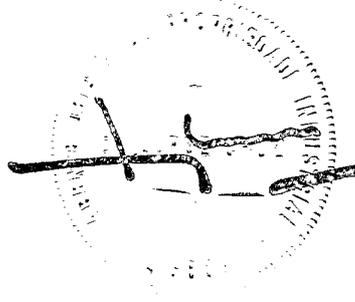


Exemplo 4

Faz-se a formulação de uma composição detergente líquida aquosa tixotrópica para lavagem automática de louça a partir dos seguintes ingredientes, nas quantidades indicadas.

<u>Componente</u>	<u>Percentagem em peso</u>
Água desionizada	38,79
Espessante tixotrópico à base de estearato de alumínio	0,25
Espessante tixotrópico à base de argila ("Pharmagel H")	1,25
Silicato de sódio (1/2,4-47,5%)	17,73
Tripolifosfato de sódio (anidro)	12,00
Tripolifosfato de sódio (hexa-hidrato)	12,00
Agente anti-formação de película à base de sílica	2,00
Carbonato de sódio (anidro)	5,00
Hipoclorito de sódio (11%)	7,61
Agente tensio-activo "DOWFAX 3B-2"	0,80
Supressor de espuma <sup>(1)</sup>	0,16
Hidróxido de sódio (50%)	2,40
"Graphitol Green"	<u>0,01</u>
	100,00

(1) Mistura de 1:1 de LPKN-158 e PCUK-PAE.

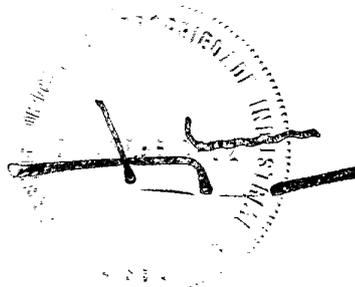


Os ingredientes são misturados da maneira convencional ou são misturados segundo o procedimento do pedido de atribuição comum e igualmente pendente, série nº 903.924, depositado em 5 de Setembro de 1986, que é aqui incorporado como referência.

A formulação é submetida a teste, lavando-se louça de vidro a aprox. 55°C (130°F) em água dura (300 ppm de dureza) numa máquina de lavar louça automática. Verificou-se que a louça de vidro lavada e seca estava isenta de película.

As composições detergentes líquidas aquosas tixotrópicas para lavagem automática de louça do presente invento apresentam melhores propriedades anti-formação de película.

O invento não está limitado à anterior descrição e os exemplos são dados unicamente como forma de ilustração. O invento deve ser interpretado de acordo com as reivindicações anexas.



## REIVINDICAÇÕES

1ª. - Processo para a preparação de uma composição detergente líquida aquosa tixotrópica do tipo gel para lavagem automática de louça, caracterizado por se incluir na referida composição água, pelo menos, um ingrediente seleccionado do grupo formado por detergente orgânico, agente de branqueamento, estruturador para detergentes, agente sequestrante, inibidores de espuma, e suas misturas, de cerca de 0,5 a 5% de um agente anti-formação de película à base de sílica e uma quantidade de um espessante tixotrópico suficiente para fornecer um índice tixotrópico de cerca de 2,5 a 10.

2ª. - Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por a quantidade do agente anti-formação de espuma à base de sílica se situar na gama de cerca de 1 a 4%.

3ª. - Processo para a preparação de uma composição líquida aquosa tixotrópica para máquina automática de lavar louça, caracterizado por se incluir na referida composição, em peso, em valores aproximados:

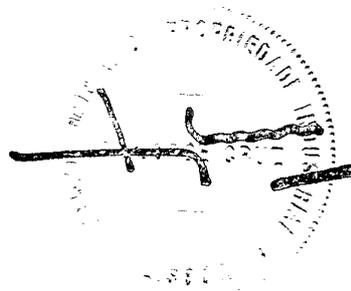
- (a) 5 a 35% de estruturador para detergente;
- (b) 2,5 a 40% de silicato de sódio;
- (c) 0,5 a 5% de agente anti-formação de espuma à base de sílica tendo uma dimensão de partículas de cerca de 0,1 a 10 microns;

- (d) 0 a 9% de carbonato de metal alcalino;
- (e) 0,1 a 5% de material activo detergente organico, dispersivel em água, estável em presença do agente de branqueamento à base de cloro;
- (f) 0 a 5% de supressor de espuma estável em presença do agente de branqueamento à base de cloro;
- (g) composto de branqueamento à base de cloro numa quantidade suficiente para fornecer cerca de 0,2 a 4% de cloro disponivel;
- (h) uma quantidade de um espessante tixotrópico suficiente para fornecer um índice tixotrópico de cerca de 2,5 a 10.
- (i) 0 a 8% de hidróxido de sódio;
- (j) água a perfazer.

4a. - Processo de acordo com a reivindicação 3, caracterizado por o espessante tixotrópico consistir num ácido gordo de cadeia longa numa quantidade de cerca de 0,03 a 0,5%.

5a. - Processo de acordo com a reivindicação 3, caracterizado por o espessante tixotrópico consistir num sal de metal polivalente de um ácido gordo de cadeia longa numa quantidade de cerca de 0,02 a 1,0%.

6a. - Processo de acordo com a reivindicação 4, caracterizado por se incluir ainda na referida composição um espessante tixotrópico à base de argila, numa quantidade de cerca de 0,1 a 3,0%.



7a. - Processo de acordo com a reinvindicação 5, caracterizado por se incluir ainda na referida composição um espessante tixotrópico à base de argila numa quantidade de cerca de 0,1 a 3,0%.

8a. - Processo de acordo com a reinvindicação 3, caracterizado por o agente anti-formação de película à base de sílica ter uma dimensão de partículas de cerca de 0,5 a 8,0 microns.

9a. - Processo para a preparação de uma composição líquida aquosa tixotrópica para máquina automática de lavar louça, caracterizado por se incluir na referida composição, em peso, em valores aproximados:

- (a) 5 a 35% de tripolifosfato de metal alcalino;
- (b) 2,5 a 40% de silicato de sódio;
- (c) 1 a 4% de agente anti-formação de película à base de sílica tendo uma dimensão de partículas de cerca de 0,5 a 8,0 microns;
- (d) 0 a 9% de carbonato de metal alcalino;
- (e) 0,1 a 5% de material activo detergente orgânico, dispersível em água, estável em presença do agente de branqueamento à base de cloro;
- (f) 0 a 5% de supressor de espuma estável em presença do agente de branqueamento à base de cloro;
- (g) composto de branqueamento à base de cloro numa quantidade suficiente para fornecer cerca de 0,2 a 4% de cloro disponível.

- (h) uma quantidade de um espessante tixotrópico suficiente para fornecer um índice tixotrópico de cerca de 2,5 a 10;
- (i) 0 a 8% de hidróxido de sódio; e
- (j) água a perfazer.

10a. - Processo de acordo com a reivindicação 8, caracterizado por o agente anti-formação de espuma à base de sílica conter cerca de 0,1 a 5% de alumina, com base no peso de sílica.

11a. - Processo de acordo com a reivindicação 8, caracterizado por a sílica ter uma dimensão de partículas de cerca de 1 a 5 microns.

12a. - Processo de acordo com a reivindicação 8, caracterizado por o espessante tixotrópico consistir num ácido gordo de cadeia longa tendo  $C_{16}$  a  $C_{20}$  átomos de carbono numa quantidade de cerca de 0,03 a 0,20%.

13a. - Processo de acordo com a reivindicação 8, caracterizado por o espessante tixotrópico consistir num sal de metal polivalente de um ácido gordo de cadeia longa tendo  $C_{16}$  a  $C_{20}$  átomos de carbono numa quantidade de cerca de 0,06 a 0,8%.

14a. - Processo de acordo com a reivindicação 13, caracterizado por o metal polivalente ser de alumínio, cálcio, zinco e magnésio.



15a. - Processo de acordo com a reivindicação 12, caracterizado por se incluir ainda na referida composição um espessante tixotrópico à base de argila numa quantidade de cerca de 0,1 a 2,5%.

16a. - Processo de acordo com a reivindicação 13, caracterizado por se incluir ainda na referida composição um espessante tixotrópico à base de argila numa quantidade de cerca de 0,1 a 2,5%.

Lisboa, 27 de Setembro de 1988

A handwritten signature in black ink, consisting of several bold, sweeping strokes, is positioned above the typed name and address.

J. PEREIRA DA CRUZ  
Agente Oficial da Propriedade Industrial  
RUA VICTOR CORDON, 10-A, 1.º  
1200 LISBOA