



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

**(11) BR 112015008594-6 B1**



**(22) Data do Depósito: 26/10/2012**

**(45) Data de Concessão: 26/01/2021**

---

**(54) Título:** COMPOSIÇÃO DE GEL AQUOSO PARA FORMAR UM GEL QUELANTE, COMPOSIÇÃO DE LAVAGEM E COMPOSIÇÃO DE LIMPEZA AUTOMÁTICA

**(51) Int.Cl.:** C11D 3/33; C11D 17/00; C11D 3/37; C11D 3/00.

**(73) Titular(es):** DOW GLOBAL TECHNOLOGIES LLC; ROHM AND HAAS COMPANY.

**(72) Inventor(es):** YONNIE DONG YUN; WEI CHEN; OLIVER SPANGENBERG.

**(86) Pedido PCT:** PCT CN2012083599 de 26/10/2012

**(87) Publicação PCT:** WO 2014/063359 de 01/05/2014

**(85) Data do Início da Fase Nacional:** 16/04/2015

**(57) Resumo:** COMPOSIÇÃO PARA LAVAGEM DE LOUÇA, COMPOSIÇÃO DE GEL AQUOSO PARA FORMAR UM GEL QUELANTE, COMPOSIÇÃO DE LAVAGEM E COMPOSIÇÃO DE LIMPEZA HIGIÊNICA São descritas composições de gel aquoso para formação de um gel quelante, compreendendo de 4% em peso a 605 em peso, agente quelante selecionado a partir de pelo menos um ácido etilendiamino tetraacético, ácido glutâmico, ácido N,N-diacético, ácido metilglicinodiacético, e ácido nitrilotriacético, 2 a 8% em peso de um componente de formação de gel, compreendendo (a) carboxi metilcelulose, ou (b) uma mistura compreendendo um polissacarídeo ácido ou iônico, uma argila dispersível, e álcool polivinílico, e de 0,01 a 10% em peso de um sal; provendo que o gel quelante é pelo menos parcialmente dissolúvel em água.

"COMPOSIÇÃO DE GEL AQUOSO PARA FORMAR UM GEL QUELANTE, COMPOSIÇÃO DE LAVAGEM E COMPOSIÇÃO DE LIMPEZA AUTOMÁTICA"

Campo da invenção

[0001] A presente invenção refere-se a uma composição de cuidados domésticos e, particularmente, composições para lavadoras de louças.

Antecedentes da invenção

[0002] Os agentes quelantes, tais como EDTA (ácido etilenodiamino tetraacético), NTA (ácido nitrilotriacético), são capacitores chaves para os detergentes livres de fosfatos. Além de ter a capacidade de íons metálicos quelantes e diminuir a dureza de água, os agentes quelantes também apresentam forte ligação com solo orgânico e inorgânico, os quais capacitam bom desempenho de limpeza. Adicionalmente, alguns agentes quelantes, tais como GLDA, MGDA, e NTA são considerados muito biodegradável e ambientalmente amigáveis.

[0003] Os sistemas de dose unitários oferecem facilidade inigualável de uso para consumidores, mas até agora, o desenvolvimento de sistemas de doses unitárias com concentração de agente quelante relativamente alta foi inatingível.

[0004] Consequentemente, em alguns campos de cuidados domésticos, existe uma necessidade por materiais que encapsulam ou captam níveis relativamente altos de agentes quelantes e, então liberaram os quelantes sob condições de lavagem de louça.

Descrição detalhada da invenção

[0005] Em uma concretização, a presente invenção provê as composições de gel aquoso para formação de um gel contendo quelante ("gel quelante"), compreendendo um agente quelante

selecionado a partir de pelo menos um de ácido etilenodiamino tetraacético, ácido glutâmico, ácido N,N-diacético, ácido metilglicinodiacético, e ácido nitrilotriacético, um componente de formação e gel, compreendendo (a) carboxi metilcelulose, ou (b) uma mistura compreendendo um polissacarídeo iônico ou ácido, uma argila dispersível, e álcool polivinílico, e de um sal; provendo que o gel quelante é pelo menos parcialmente dissolvido em água.

[0006] "Composição de gel aquoso" se refere ao fato de que mais do que 39% em peso da composição de gel aquoso ("% em peso) é água, preferivelmente maior que 59% em peso de água, e em algumas concretizações, mais do que 80% em peso de água. Em uma concretização, pelo menos 20% em peso de água, preferivelmente, pelo menos 40% em peso, mais preferivelmente, pelo menos 50% em peso, mais preferivelmente, pelo menos 60% em peso, mais preferivelmente, pelo menos 70% em peso, mais preferivelmente pelo menos 80% em peso, até 90% em peso.

[0007] Deve ser entendido que a composição de gel aquoso ajusta cura, reticula, ou de outra forma gelifica para formar o gel quelante. Consequentemente, o gel quelante pode variar em dureza, mas em qualquer caso, não pode ser um líquido. Em uma concretização, entretanto, o gel quelante é finamente dividido e, as partículas resultante dispersas em qualquer formulação de cuidado doméstico convencional.

[0008] Em uma concretização, o gel quelante contém 3% em peso a 6% em peso de quelante. Em uma concretização, o gel quelante contém 6% em peso a 50% em peso do quelante.

[0009] Em algumas concretizações, o gel quelante perde a estrutura com o aumento de temperatura, ou seja, não é

resistente ao calor. Em algumas concretizações, o gel quelante é pelo menos 20% dissolúvel em água, preferivelmente 40% dissolúvel em água, preferivelmente 60% dissolúvel em água, preferivelmente, 80% dissolúvel em água e, preferivelmente completamente dissolúvel em água, dentro de 20 minutos ou em algumas concretizações, dentro de 45 minutos. Em uma concretização, o gel quelante dissolve em um período de semanas.

[0010] Em uma concretização, o componente de formação e gel é carboxi metilcelulose. Em uma concretização, o carboxi metilcelulose tem um grau molar de substituições  $MS_{\text{carboxi}}$  de 0,5 a 1,2, mais preferivelmente, de 0,6 a 1,1 e, mais preferivelmente de 0,7 a 0,95. Tipicamente, a viscosidade de 1% em peso das soluções de carboxi metilcelulose aquosa a 20°C, determinado com um viscosímetro Brookfield, varia de 20 a 50000 mPa.s, preferivelmente de 500 a 2000 mPa.s, e mais preferivelmente de 2000 a 10000 mPa.s. Exemplos de carboxi metilcelulose comercialmente disponível que são úteis na presente invenção incluem WALOCEL™ CRT 50000 PA ( $MS_{\text{carboxi}} = 0,7$ , 1% em peso da viscosidade Brookfield = 7000 mPa.s), e mais preferivelmente, CLEAR+STABLE (C&S) 30M ( $MS_{\text{carboxi}} = 0,9$ , 1% em peso de viscosidade Brookfield = 2,700-4,900 mPa.s), disponível na The Dow Chemical Company, Midland, U.S.A.

[0011] Em algumas concretizações, a composição é livre de qualquer derivado de celulose além de carboxi metilcelulose.

[0012] Em uma concretização, o carboxi metilcelulose é, preferivelmente, presente de 0,5 a 5% em peso, mais preferivelmente de 2 a 4% em peso, e mais preferivelmente de 3% em peso.

[0013] Em uma concretização, o componente de formação de

gel é a mistura compreendendo um polissacarídeo iônico ou ácido, uma argila dispersível, e álcool polivinílico. Exemplos de polissacarídeo iônico ou ácido incluem gelatina, pectina, carragena, ácido algínico, alginatos, ou misturas dos mesmos. Em uma concretização, o componente de formação e gel tem proporção em peso de polissacarídeo iônico ou ácido dispersível em argila:álcool polivinílico de 5:1:1, a 1:5:15, preferivelmente 1:1:5. Uma mistura preferida inclui carragena, argila LAPONITE RD disponível na "Southern Clay Products, Inc.", Austin, TX, U.S.A., e álcool polivinílico.

[0014] Em uma concretização, a mistura compreendendo um polissacarídeo iônico ou ácido, uma argila dispersível, e álcool polivinílico estão preferivelmente presente de 3 a 10% em peso, mais preferivelmente, de 5 a 9% em peso e, mais preferivelmente de 6 a 8% em peso.

[0015] "Sal" refere-se a pelo menos um cátion inorgânico. Em uma concretização, o sal é monovalente, tal como  $K^+$ . Em uma concretização, o sal é um cátion divalente tal como, por exemplo, cátions  $Ca^{2+}$ ,  $Mg^{2+}$ , e/ou  $Zn^{2+}$ .

[0016] Em uma concretização, a composição de gel aquoso compreende adicionalmente um espessante de polímero acrílico, tal como polímero acrílico ACUSOL 445N disponível na "The Dow Chemical Company", Midland, U.S.A. Em uma concretização, o espessante polimérico acrílico está, preferivelmente, presente de 0,01 a 10% em peso da composição de gel aquoso, mais preferivelmente de 1 a 9% em peso, mais preferivelmente de 3 a 8% em peso, mais preferivelmente de 4 a 6% em peso.

[0017] Os ingredientes opcionais incluem aqueles convencionalmente utilizados na lavagem de louças, lavanderia, e composições de limpeza higiênica, tais como

surfactante, construtores, extensores, solventes polares e enzimas. Outros ingredientes opcionais incluem corantes e fragrâncias.

[0018] A composição de acordo com a presente invenção pode ser preparada por vários métodos conhecidos da técnica. As composições da presente invenção têm propriedades físicas comparáveis para os produtos de gel tradicionais, incluindo a aparência, textura, e reologia. Em algumas concretizações, o gel é cortável ("sliceable") e moldável, que é muito único em sistemas de hidrocolóides com tal conteúdo de umidade.

#### EXEMPLOS

##### Exemplo 1:

[0019] Uma composição exemplificativa da presente invenção é descrita na tabela 1, tendo os componentes listados na % em peso.

Tabela 1

	Batelada 1
Carragena	1
Argila LAPONITE RD	1
Álcool polivinílico	5
Cloreto de potássio	0,2
EDTA	5
Polímero acrílico ACUSOL 445N	5
Água	82,8

[0020] A carragena, argila ALPONITE RED, e álcool polivinílico são dissolvidos em água com agitação de 300-1500 rpm a 70-90°C. Em seguida, o sal é adicionado, e a agitação é continuada por 5 minutos. A mistura é incubada a 70-90°C, e então o agente quelante lentamente adicionada. Os depositantes encontraram que a ordem de adição é crucial. Se o agente quelante é dissolvido antes dos componentes de formação do gel, nenhuma formação de gel ocorre.

[0021] A agitação a 300-1500 rpm é continuada durante 15

minutos para garantir todos os componentes dissolvem. Em seguida, o polímero acrílico CUSOL 445N ou outro componente opcional (tal como Surfactante, construtores, extensores, solventes polares e enzimas) são adicionados, mantendo a temperatura e agitação durante 10 minutos para garantir a mistura adequada (ou componentes opcionais poderiam ser bem dispersos com uma extrusora).

[0022] A mistura é então derramada dentro dos moldes, e permitiu resfriar para formar um gel. O gel final é forte e moldável.

[0023] A solubilidade foi testada através da colocação e uma amostra de 15g em 500 mL de água (a 25°C e 60°C respectivamente), agitação por 20 minutos a 150 rpm, então pesagem do resíduo do gel que não foi dissolvido. Menos resíduos indica mais solubilidade. Em água fria (25°C), 40% do gel formado a partir da batelada 1 dissolveu. Em água quente (60°C), 100% do gel formado a partir da batelada 1 dissolveu. A dissolubilidade demonstrou que o gel é solúvel em sistema aquoso, é ajustado para aplicações de libração rápida.

[0024] Para testar a estabilidade, o gel formado a partir da batelada 1 foi armazenado em um recipiente fechado por três meses (em temperatura ambiente sem luz do sol direta). Os resultados não mostraram sinérese em água e sem mudança da aparência. Além disso, a viscosidade do gel não mudou quando comparado ao seu estado original.

Exemplo 2:

[0025] Composições exemplificativas da presente invenção estão descritas na Tabela 2, tendo os componentes listados em % em peso.

Tabela 2

	Batelada 2	Batelada 3
C&C 30M carboxi-metilcelulose	3	3
AINO3	2	2
EDTA	30	--
MGDA	--	50
Polímero acrílico ACUSOL 445N	5	5
Água	60	40

[0026] O CMC é disperso em água a 70-90°C com agitação e 300-2000 rpm durante 5 minutos, então resfriado e agitado por outros 10 minutos. Em seguida, o agente quelante foi adicionado a temperatura ambiente, com agitação (300-2000 rpm) durante 20 minutos para garantir todos os componentes dissolvem. Em seguida, o polímero acrílico ACUSOL 445 ou outros componentes opcionais (tais como surfactantes, construtores, extensores, solventes polares e enzimas) são adicionados, mantendo a temperatura e agitação durante 10 minutos para garantir a mistura adequada (ou componentes opcionais poderiam ser bem dispersos com uma extrusora). Em seguida, o sal (nitrato de alumínio) é adicionado, com agitação (300-2000 rpm) durante 10 minutos.

[0027] A mistura é então derramada dentro do molde, e deixada resfriar para formar o gel. O gel final é forte e moldável.

[0028] A batelada 2 não foi um gel forte (apesar dele poder ser adicionalmente processado por ter uma carcaça externa dura, tal como de carragena).

[0029] A solubilidade da batelada 3 foi testada através da colocação de uma amostra de 15g em 500 mL de água (em 25°C e 60°C respectivamente), agitação por 20 minutos em 150 rpm, então pesagem do resíduo de gel que não foi dissolvido. Menos resíduos indicam mais solubilidade. Em água fria (25°C), 20%



do gel formado a partir da batelada 3 dissolvido. Em água quente (60°C), 40% do gel formado a partir da batelada 3 dissolvido. A dissolução demonstrou que o gel é solúvel em sistema de água, é ajustado para aplicações de liberação relativamente lenta.

[0030] Para testar a estabilidade, o gel formado a partir da batelada 3 foi armazenado em um recipiente fechado por três meses (em temperatura ambiente sem luz do sol direta). Os resultados não mostraram sinérese em água e sem mudança na aparência. Além disso, a viscosidade do gel não mudou quando comparado ao seu estado original.

#### Exemplo 3 - Comparativo

[0031] As composições fora da presente invenção estão descritas na Tabela 3, tendo os componentes listados em % em peso.

Tabela 3

	Batelada A comparativa	Batelada B comparativa	Batelada C comparativa	Batelada D comparativa
EDTA	5	5	5	5
Alginato	1,5	--	--	--
Carragena	--	1,5	--	--
Goma guar	--	--	1,5	--
Argila LAPONITE RD	--	--	--	1,5
CaCl <sub>2</sub>	0,2	--	--	--
KCl	--	0,2	--	--
Borax	--	--	0,5	--
Polímero acrílico ACUSOL 445N	5	5	5	5
Água	93,3	93,3	93,0	93,5

[0032] Nenhuma das bateladas comparativas A, B, C e D formou um gel. A concentração do agente quelante foi muito alta.

REIVINDICAÇÕES

1. Composição de gel aquoso para formar um gel quelante, caracterizada pelo fato de compreender: de 4% em peso a 60% em peso do agente quelante selecionado a partir de pelo menos um ácido etileno diaminotetraacético, ácido glutâmico, ácido N,N-diacético, ácido metilglicinodiacético, e ácido nitrilotriacético; de 2 a 8% em peso de um componente de formação de gel, compreendendo: uma mistura de compreendendo um polissacarídeo iônico ou ácido, uma argila dispersível, e um álcool polivinílico; e de 0,01 a 10% em peso de um sal; prevendo que o gel quelante é pelo menos parcialmente dissolvido em água.

2. Composição, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de o polissacarídeo iônico ou ácido ser gelatina, gelatina, pectina, carragena, ácido alginico, alginatos, ou misturas dos mesmos.

3. Composição, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de o polissacarídeo iônico ou ácido ser carragena.

4. Composição, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de compreender adicionalmente um espessante de polímero acrílico.

5. Composição, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de compreender mais do que 39% em peso de água.

6. Composição, de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo fato de compreender mais do que 59% em peso de água.

7. Composição de lavagem, caracterizada pelo fato de ser feita a partir da composição conforme definida na reivindicação 1.

8. Composição de limpeza automática, caracterizada pelo fato de compreender uma composição conforme definida na

reivindicação 1.