

**DESCRIÇÃO**  
**DA**  
**PATENTE DE INVENÇÃO**

**N.º** 99.542

**REQUERENTE:** COLGATE-PALMOLIVE COMPANY, norte-americana, industrial. com sede em 300 Park Avenue, New York, New York 10022 - Estados Unidos da América do Norte

**EPÍGRAFE:** "PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE UMA COM-  
POSIÇÃO DETERGENTE LÍQUIDA CONCENTRADA CONTENDO ALQUIL-  
-BENZENO-SULFONATO E MAGNÉSIO"

**INVENTORES:** GARY J. JAKUBICKI e DIRK WARSCHESKI

Reivindicação do direito de prioridade ao abrigo do artigo 4.º da Convenção de Paris de 20 de Março de 1883. 21 de Novembro de 1990 sob o No. 616.496 nos Estados Unidos da América do Norte

COLGATE-PALMOLIVE COMPANY  
"PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE UMA COMPOSIÇÃO DETERGENTE LÍQUIDA  
CONCENTRADA CONTENDO ALQUIL-BENZENO-SULFONATO E MAGNÉSIO"

=====

MEMÓRIA DESCRITIVA

Resumo

O presente invento diz respeito a um processo para a preparação de uma composição detergente líquida concentrada de acção ligeira, com superiores e estáveis características de corte de gordura e elevada formação de espuma. Mais especificamente, o processo consiste em se incluir na referida composição uma mistura surfactante de alquil-benzeno sulfonato de magnésio, alquil-etoxi-sulfato e, eventualmente, alquil-sulfato. A composição também contém uma fonte de iões magnésio numa quantidade tal que a relação molar de ião magnésio total para alquil-benzeno-sulfonato varia de cerca de 0,65:1,0 a 1,0:1,0.



Campo do Invento

O presente invento diz respeito a um processo para a preparação de composições detergentes líquidas aquosas contendo alquil-benzeno-sulfonato e ainda íons magnésio em níveis activadores da detergência.

Descrição da Anterior Técnica da Especialidade:

São bem conhecidas composições detergentes líquidas de acção ligeira, nomeadamente as adequadas para uso na lavagem de louça. A acção dessas composições é medida pelo rendimento de espuma, isto é, número de pratos lavados e capacidade de corte da gordura. As composições detergente líquidas para lavagem de louça presentemente no mercado são concebidas para remoção de sujidades oleosas/gordurosas de copos, pratos e outros utensílios de cozinha, mantendo uma aceitável camada de espuma.

Formulações detergentes líquidas contendo sais de magnésio e surfactantes de magnésio apresentam um maior rendimento, como é revelado nas Patentes dos E.U. 2.908.651 e 2.437.253. Determinadas combinações de ingredientes activos podem também fornecer uma gama de melhores propriedades detergentes. Uma composição detergente líquida de melhor rendimento, revelada na Patente dos E.U. 4.435.317, contem (a) um alquil  $C_{10}-C_{16}$ -sulfato, (b) um alquil  $C_{10}-C_{16}$ -etoxi-sulfato, e (c) um alquil  $C_{10}-C_{16}$  linear-benzeno-sulfonato numa relação do peso total de (a) + (b) para o peso de (c) inferior ou igual a 33:1, e contendo magnésio numa quantidade molar correspondente a  $0,20x-0,70x$  em que  $x$  é o número de moles de alquil-sulfato. A quantidade de sais de magnésio que podem ser adicionados às composições reveladas na Patente dos E.U. 4.435.317 é limitada, porque os sais fazem subir

as temperaturas a que se formam cristais de sal inorgânico nas composições depois de arrefecimento.

Uma melhor acção relativamente à capacidade de corte de gordura e rendimento de espuma são também obtidos quando se aumenta a concentração de ingredientes activos surfactantes na formulação detergente líquida. Existem contudo vários problemas associados à preparação de composições detergentes líquidas contendo elevadas porções de materiais detergentes activos com vista a satisfazer os requisitos de limpidez, viscosidade e estabilidade do produto.

É geralmente necessário adicionar uma porção bastante elevada de hidrótropo às composições detergentes que têm uma elevada concentração de materiais activos detergentes. Os hidrótropos são bastante caros e são geralmente materiais inactivos e por isso não contribuem para a detergência, mas têm o efeito de tornar os ingredientes activos solúveis em água e a composição homogénea às temperaturas normalmente encontradas em transporte e armazenagem. Os hidrótropos geralmente reduzem o "ponto de turvação" das composições detergentes líquidas, mantendo desse modo uma composição líquida límpida a temperaturas a que uma composição detergente a que falta hidrótropo se tornaria turva e de aparência desagradável. A Patente dos E.U. 4.235.758 revela que o uso de um alquil-benzeno-sulfonato de magnésio derivado de um alquil  $C_{10}$ - $C_{13}$  linear-benzeno com peso molecular médio de 220 - 250 reduz significativamente a necessidade de hidrótropo a qualquer nível de material activo detergente.

O presente invento apresenta composições constituídas por determinados ingredientes activos detergentes específicos, em combinações e proporções únicas, que são inesperadamente

superiores em rendimento relativamente a outros detergentes líquidos quer quanto ao rendimento de espuma quer ao corte de gordura.

Nesta conformidade, é um objectivo do presente invento apresentar composições detergentes líquidas fisicamente estáveis, que oferecem um superior rendimento de espuma e corte de gordura.

É um outro objectivo deste invento apresentar composições contendo magnésio, alquil-benzeno-sulfonato e níveis adicionais de iões magnésio para activação de detergência, que são especialmente eficazes na remoção de sujidades gordurosas e que têm uma reduzida necessidade de hidrótropos para manter um adequado ponto de turvação.

Ainda um outro objectivo deste invento é apresentar uma composição de base detergente concentrada contendo níveis activadores de detergência de iões magnésio e alquil-benzeno-sulfonato, e que pode ser armazenada como uma composição de base líquida concentrada e que pode ser fabricada em equipamento convencional de misturação de líquidos de baixo corte.

#### SUMÁRIO DO INVENTO

De acordo com o presente invento, apresenta-se uma composição detergente líquida aquosa especialmente adequada para lavagem de louça, contendo:

(A) de 20 a cerca de 70%, de preferência 30 a 55%, de uma mistura surfactante constituída por: (a) cerca de 15 a cerca de 35%, em peso, do sal de magnésio de um ácido alquil  $C_{10}$ - $C_{18}$ -benzeno sulfónico; (b) cerca de 1 a cerca de 5%, em peso, de um sal de magnésio, numa quantidade tal que a relação molar de ião

magnésio total para alquil-benzeno-sulfonato varia de cerca de 0,65:1,0 a 1,0:1,0; (c) cerca de 1 a cerca de 20%, em peso, de um alquil  $C_{10}$ - $C_{16}$  primário-etoxi-sulfato solúvel em água contendo uma média de cerca de 1 a cerca de 6 grupos de óxido de etileno por grupo alquilo no alquil-éter-sulfato, e (d) cerca de 0 a cerca de 20%, em peso, de uma amina primária, secundária ou terciária ou sal de metal alcalino de alquil  $C_{10}$ - $C_{16}$ -sulfato; e

(B) cerca de 0,5 a cerca de 8%, em peso, de um agente promotor de espuma seleccionado do grupo formado por mono- ou di-alcanol  $C_1$ - $C_5$ -amidas etoxiladas  $C_{10}$ - $C_{18}$  e não etoxiladas e alquil  $C_{12}$ - $C_{14}$ -amidas condensadas com até cerca de 15 mol de óxido de etileno por mol de amida; sendo o resto principalmente água.

Numa forma de realização preferida, a composição pode ainda incluir:

(C) cerca de 0 a cerca de 10%, em peso, de um solvente orgânico pouco irritante; e

(D) cerca de 0 a cerca de 10%, em peso, de um hidró-tropo. As composições podem também incluir

(E) outros adjuvantes, nomeadamente agentes de quelação, agentes corantes, pigmentos, perfumes, bactericidas, fungicidas, conservantes, agentes filtrantes da luz solar, modificadores de pH, agentes tampão, opacificantes, antioxidantes, proteínas e afins.

O presente invento também apresenta uma composição de base detergente líquida derramável de detergentes líquidos concentrados de acção ligeira contendo ácido

alquil-benzeno-sulfônico e níveis activadores de detergência de iões magnésio e que podem ser armazenadas à temperatura ambiente para uso posterior, sem gelificar.

### Memória Descritiva do Invento

As composições detergentes de acordo com o presente invento contêm uma mistura de dois ou três surfactantes aniônicos essenciais de proporções e constituição definidas e têm uma relação molar específica de ião magnésio para alquil-benzeno-sulfonato variando de 0,65:1,0 a 1,0:1,0.

O primeiro ingrediente surfactante essencial é um sal solúvel em água de ácido alquil-benzeno-sulfônico, que pode ser linear ou ramificado. O grupo alquilo contém, de preferência, cerca de 10 a 18 átomos de carbono muito preferivelmente cerca de 11 a 13 e em especial 12 átomos de carbono, de preferência numa configuração de cadeia linear. O alquil-benzeno-sulfonato pode estar presente na forma de um sal de metal alcalino-terroso, metal alcalino, amina, amónio, ou, de preferência sal de magnésio. Assim, o alquil-benzeno-sulfonato mais preferido é o sal de magnésio de dodecil linear-benzeno-sulfonato.

A forma ácida de ácido alquil-benzeno-sulfônico pode ser convertida na forma de sal de magnésio quer antes da mistura com os outros ingredientes deterativos quer depois. A conversão pode ser realizada quer por neutralização directa com óxido de magnésio ou hidróxido, quer por permuta iónica entre, por exemplo, um sal de metal alcalino ou o sal de amónio de alquil-benzeno-sulfonato e um sal de metal alcalino-terroso solúvel em água. De preferência adiciona-se uma fonte de iões magnésio à mistura detergente para formar o desejado sal de

alquil-benzeno-sulfonato. Cloretos de magnésio, sulfatos de magnésio, acetatos de magnésio ou hidróxidos de magnésio são exemplos de fontes de magnésio. As fontes de magnésio preferidas são óxidos ou hidróxidos e sulfatos de magnésio.

O componente alquil-benzeno-sulfonato está presente num nível de cerca de 15 a 35%, em peso, da composição, de preferência na gama de cerca de 15 a 22%, mais preferivelmente na gama de cerca de 19 a 21%, em peso.

O ponto de ligação da cadeia alquilo ao núcleo de benzeno, a que se faz referência como distribuição de isómeros fenilo, não é crítico, embora, de preferência, menos de 20% do alquil-benzeno deste invento contenha o isómero 2-fenilo.

Um segundo componente surfactante essencial da presente composição é um alquil primário-etoxi-sulfato derivado do produto de condensação de um álcool  $C_{10}-C_{16}$  com uma média de cerca de 1 a cerca de 6 grupos de óxido de etileno, de preferência cerca de 2 a 4, em especial 3 grupos de óxido de etileno por mol de álcool. Os alcoóis  $C_{10}-C_{16}$  podem ser derivados, por exemplo, de gorduras naturais ou formação de olefinas "Ziegler" ou síntese de "Oxo". É preferível usar alquil-etoxi-sulfatos e alquil-sulfatos com o mesmo comprimento de cadeia de carbonos, de preferência  $C_{12}-C_{13}$ . O nível de alquil-etoxi-sulfato na presente composição para se obter as desejadas propriedades deterativas e de espuma é de cerca de 1 - 30%, em peso, situando-se de preferência na gama de cerca de 10-20%, em peso, com base na composição total.

O sistema surfactante do detergente do presente invento pode eventualmente incluir também uma quantidade variando de 0 - 20% da composição total, de preferência 10 - 15%, em peso, de um sal de metal alcalino ou amónio ou amina de um surfactante

aniônico alquil  $C_{10}$ - $C_{18}$  linear ou ramificado-sulfato. O contra-  
-ião catiónico do alquil-sulfato pode ser tirado do grupo formado  
por metais alcalinos, amônia e aminas, por exemplo, trietilamônio,  
trietanolamina (TEA), dietanolamina ou monoetanolamina, etc. O  
metal alcalino pode ser, por exemplo, sódio ou potássio, de  
preferência sódio.

A composição do presente invento contem de cerca de  
0,027 a cerca de 0,064 mol de ião magnésio total. Geralmente  
obtem-se 0,023 a cerca de 0,053 mol de ião magnésio pela incorpo-  
-ração do alquil-benzeno-sulfonato de magnésio. Pode-se adicionar  
magnésio adicional à composição na forma de um composto solúvel  
em água, muito preferivelmente um sal, nomeadamente, por exemplo,  
sulfato de magnésio ou cloreto de magnésio. A fonte de magnésio  
preferida é hepta-hidrato de sulfato de magnésio, adicionado à  
composição em cerca de 1 ou 2 a 5%, em peso, de preferência cerca  
de 2,5 a 3,5%, em peso, correspondendo a 0,01 a 0,014 mol de  
magnésio adicional. A relação de ião magnésio total para alquil-  
-benzeno-sulfonato na composição é controlada de forma a corres-  
-ponder a uma relação molar de 0,65:1,0 a 1,0:1,0, de preferência  
de 0,65:1,0 a 0,8:1,0.

Os outros iões magnésio adicionados em forma de sal  
fornecem um melhor rendimento de corte de gordura e reduzem  
também o ponto de turvação da fórmula melhor do que os hidrótro-  
-pos mais dispendiosos. O sal de magnésio adicional também fornece  
melhor estabilidade de fases à composição. O uso de magnésio para  
activar a detergência é um método bem conhecido na técnica da  
especialidade, no entanto, quando usado numa relação molar de ião  
magnésio total para alquil-benzeno-sulfonato numa gama de  
0,65:1,0 a 0,8:1,0, o sal de magnésio em excesso não só aumenta o  
rendimento da espuma como também aumenta a fluidez, provocando  
uma redução nos níveis de hidrótropo e álcool, reduzindo desse

modo a concentração de ingredientes inactivos que não promovem a detergência da composição. Esta redução do nível de ingredientes inactivos deixa espaço na composição para um ainda mais elevado nível de ingredientes activos detergentes.

O nível de ingredientes activos detergentes nas composições deste invento situa-se na gama de 20-70%, em peso, de preferência de 30 a 55%. Este maior nível de ingredientes activos resulta num maior rendimento de espuma, fornecendo desse modo um superior detergente líquido de acção ligeira. Os problemas usuais de maior viscosidade, menor estabilidade e turvação do produto são evitados pelo uso de um maior nível de iões magnésio, numa relação molar de iões magnésio para alquil-benzeno-sulfonato na gama de 0,65:1,0 a 1,0:1,0, de preferência de 0,8:1,0 e inexistência de hidrótopo ou apenas uma pequena concentração dele. Os iões magnésio adicionais nas composições deste exemplo também promovem a detergência do sistema surfactante.

Em geral o consumidor vê a capacidade de produzir espuma como uma medida da capacidade de limpeza. Um agente promotor de espuma, tal como, por exemplo, uma mono- ou di-alcanolamida, pode, por conseguinte, ser adicionado à presente composição num nível de cerca de 0,5 a cerca de 8%, em peso, de preferência cerca de 1 a 6% e mais preferivelmente cerca de 1 a 5%, em peso. O agente promotor de espuma preferido é uma mistura de monoetanolamidas láuricas e mirísticas. Em alternativa, o grupo alquilo da amida pode ser derivado de óleo de coco ou palmisto. As alcanolamidas adequadas incluem quer mono- ou di-alcanolamidas tendo uma distribuição de cadeia de carbonos de  $C_1-C_5$ , de preferência  $C_1-C_3$ , em especial mono- ou di-etanolamida. A alcanolamida pode ser etoxilada ou pode ser uma mistura de alcanolamida não etoxilada e alcanolamida etoxilada para aumentar a solubilidade da alcanolamida na composição.

Embora não seja essencial, a limpidez e homogeneidade das composições do invento podem ser melhoradas pela inclusão de, por exemplo, solventes orgânicos ou hidrótropos, e estes e outros aditivos não essenciais podem ser incluídos nas composições em quantidades que não afectam prejudicialmente as desejadas propriedades. Os solventes orgânicos podem ser incluídos devido ao seu efeito fluidificante, capacidade para reduzir o ponto de limpidez e por razões de solubilização. Podem ser incluídos solventes orgânicos tais como, por exemplo, isopropanol, n-propanol, etanol, propileno glicol ou suas misturas. Quando utilizado, o nível de solvente é normalmente inferior ou igual a 10%, em peso, de preferência inferior a 8%, mais preferivelmente na gama de 5 a 8%, em peso. Etanol é o solvente preferido. É também costume incluir uma substância hidrotrópica na composição tal como, por exemplo, ureia, xileno-sulfonato de sódio, xileno-sulfonato de potássio, cumeno-sulfonato de sódio e xileno-sulfonato de amónio e afins para contribuir para a solubilização de vários componentes da composição, mantendo um baixo ponto de limpidez. Podem também usar-se misturas de dois ou mais hidrótropos. O hidrótropo, quando utilizado, está geralmente presente em quantidades inferiores a 8%, de preferência inferiores a 6%, nomeadamente 1 a 6%, em especial 2 a 5%, em peso.

Pode-se também incluir na composição vários outros ingredientes facultativos pelas suas características estéticas ou funcionais. Esses ingredientes incluem, por exemplo, agentes opacificantes para dar à composição uma aparência nacarada, nomeadamente ácido behénico ou diestearato de etileno glicol; perfumes; agentes de quelação de metal duro tal como EDTA; bactericidas tal como triclorocarbanilida, tetraclorosalicilanilida, hexaclorofene, ou clorobromosalicilanilida; anti-oxidantes; espessantes tais como goma de guar, poliacrilatos, poliacrilamida ou musgo Irlandês; corantes, pigmentos dispersíveis em água;



conservantes, tais como formaldeído ou peróxido de hidrogénio; modificadores de pH, etc. Quando utilizados, estes adjuvantes facultativos podem estar presentes em quantidades totais até cerca de 10%, em peso, de preferência até cerca de 3%, em peso, com base na composição total. O pH das composições pode situar-se na gama de 6 a 8, de preferência de cerca de 6,5 a 7,5, e pode ser ajustado, se necessário, por adição de bases e ácidos adequados, nomeadamente HCl, NaOH e afins. Obtem-se uma excelente remoção de sujidades gordurosas quando se dissolve uma quantidade eficaz das presentes composições numa solução aquosa para lavagem de louça. As concentrações típicas de utilização são geralmente pelo menos cerca de 0,05%, em peso, em água. Isto pode evidentemente ser ajustado, dependendo do nível e tipo de sujidade e pretensões do consumidor.

Existe normalmente grande interesse comercial nas composições detergentes líquidas mais concentradas. São evidentes as vantagens de líquidos muito concentrados, isto é, reduzidos custos de transporte e embalagem e menores quantidades de produto necessárias ao consumidor. A maior desvantagem apresentada pelas composições com elevados níveis de ingredientes activos é a dificuldade em executar a fórmula devido às elevadas concentrações de "sólidos". A palavra "sólidos" é aqui utilizada para descrever todos os ingredientes da composição para além dos solventes, tais como água ou álcool.

As composições do presente invento contêm elevados níveis de surfactantes aniónicos, que são, em geral, menos solúveis em água do que os surfactantes não iónicos. A reduzida solubilidade dos surfactantes aniónicos associada à elevada concentração de ingredientes activos resulta frequentemente em pastas espessas com viscosidades muito elevadas, requerendo por isso o emprego de equipamento de misturação de acção reforçada ou



de elevado corte. Assim, numa forma preferida de realização do presente invento, é utilizado um processo não convencional para a preparação das respectivas composições.

De acordo com este método preferido, uma base detergente constituída por alquil-benzeno-sulfonato de magnésio e activador de espuma à base de amida é de preferência preparada por um processo em que a alcanolamida, na quantidade especificada, é adicionada a uma pasta aquosa contendo óxido de magnésio, ou hidróxido, hidrótropos, e quaisquer sais inorgânicos ou solventes orgânicos das composições detergentes líquidas deste invento, nas quantidades especificadas, e o ácido alquil-benzeno-sulfónico é adicionado depois da alcanolamida ter sido dissolvida na pasta. Este procedimento é descrito com maior detalhe no nosso pedido igualmente pendente, Série No. ? , depositado na mesma data do pedido em rubrica, referência IR-4863, com o título "PROCESS FOR PRODUCING CONCENTRATED LIQUID DETERGENT BASE CONTAINING MAGNESIUM ALKYL BENZENE SULFONATE AND ALKANOLAMIDE" ("PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE UMA BASE DETERGENTE LÍQUIDA CONCENTRADA CONTENDO ALQUIL-BENZENO-SULFONATO DE MAGNÉSIO E ALCANOLAMIDA", cuja revelação é aqui incorporada como referência. Este processo tem a vantagem de utilizar equipamento convencional de misturação de líquidos, obtendo-se como resultado uma composição com maior fluidez durante a neutralização e depois de arrefecimento.

Os seguintes exemplos representativos não limitativos ilustram o invento, embora os requerentes não pretendam ficar ligados a eles.



Exemplo 1

As composições seguintes são preparadas com equipamento de misturação de baixo corte convencional, procedendo-se à misturação dos materiais nas proporções indicadas.

	<u>Operação No.</u>	
	<u>1</u>	<u>2</u>
	(% peso)	
Água, desionizada	11,66	11,28
TEA lauril-sulfato (solução a 40%)	28,75	28,75
Alquil-etoxi-sulfato de sódio, 3EO	18,02 (66,6%)	17,7 (67,8%)
Xileno-sulfonato de sódio (sol.40%)	-	5,23
Cumeno-sulfonato de sódio (93%)	2,9	1,0
Óxido de magnésio	1,16	1,16
MgSO <sub>4</sub> .7H <sub>2</sub> O	1,0	3,0
Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	1,5	0,5
Monoetanolamida láurico-mirística ("prill")	-	3,49
Mistura de monoetanolamida láurico- mirística/xileno sulfonato de sódio (5:3)	8,72	-
Etanol	5,5	7,5
Ácido dodecil-benzeno-sulfônico	18,75	18,87
Ingredientes menores (corante, perfume, etc.)	2,04	1,52
	100%	100%
Relação molar de Mg <sup>+2</sup> : Alquil-benzeno sulfonato	0,54:1,0	0,67:1,0
Ponto de turvação	6°C	0°C

A composição da Operação No. 2 é um líquido fisicamente estável depois de envelhecimento acelerado a temperatura elevada.

Verificou-se que a composição da Operação No. 1, embora tendo um nível superior de hidrótropo, apresentou separação de fases com envelhecimento. As composições 1 e 2 foram avaliadas de acordo com os seguintes critérios de rendimento:

(A) Teste de Remoção de Gordura

Este teste é efectuado para medir a capacidade de remoção de gordura da composição detergente líquida a uma concentração de 1%, com água a uma dureza de 50 ppm, a 26,7°C (80°F), com 600 ciclos de imersão a 60 rpm. Para este teste, aplica-se 0,5 g de lardo, à temperatura ambiente, uniformemente numa lâmina de vidro fosco de microscópio utilizando-se uma faca de serrilha. Os resultados são calculados na base de miligramas de lardo removido.

Utiliza-se uma versão modificada do Teste de Remoção de Gordura para medir a capacidade de remoção de gordura de uma solução a 0,05% de detergente líquido com água a uma dureza de 50 ppm e 42,2°C (108°F), com 600 ciclos de imersão a 60 rpm. Para este teste, aplica-se 0,1 ± 0,02 g de lardo em tubos de plástico de ensaio, mergulhando-se os tubos previamente pesados em lardo fundido e retirando-se com mata-borrão qualquer excesso de gordura antes que solidifique. Os tubos são pesados de novo e usados no mesmo dia em que foram preparados.

As composições detergentes a ser testadas são preparadas, aquecidas para a temperatura adequada e derramadas para provetas de 250 ml. A desejada temperatura da solução é mantida por um banho de água circulante. A composição de teste é agitada com uma proveta adequada até se formar uma camada de espuma que cobre a superfície. As provetas e os tubos sujos são colocados no aparelho de imersão que são a seguir postos a funcionar a 600



ciclos a 60 rpm. Depois de completado o ciclo de teste, os tubos são removidos, enxaguados em água desionizada a 25°C (77°F) e secos ao ar durante a noite e pesados. O rendimento de remoção de sujidade (percentagem de limpeza) é a seguir calculado pela seguinte fórmula:

$$\% \text{ limpeza} = \frac{B-C}{B-A} \times 100,$$

em que A = peso do tubo, B = peso do tubo mais sujidade, C = peso do tubo depois de lavagem.

O Quadro 1 mostra uma comparação da quantidade média de sujidade gordurosa removida pela composição da Operação No. 2 com a composição de acção ligeira para lavagem de louça que melhor se vende no mercado (Controlo 2) como determinado pelo Teste de Remoção de Gordura a uma concentração de detergente de 0,05%, água de 50 ppm de dureza, 42,2°C (108°F), 600 ciclos de imersão a 60 rpm.

#### (B) Teste de Lavagem Manual de Louça

Num alguidar para louça deita-se seis litros numa solução diluída de teste (0,1% ou 0,075%) preparada com água de 50 ppm a 48,9°C (120°F) através dum funil de separação suspenso acima do alguidar para produzir uma camada de espuma. Pratos sujos com 5,4 g de lardo são lavados até ao ponto de fim de espuma. Este teste mede o número total de pratos que podem ser lavados com a composição detergente até a espuma desaparecer completamente.

(C) Teste de Estabilidade Dinâmica de Espuma

Este teste é usado para determinar a estabilidade de espuma dinâmica duma composição detergente líquida em água de 50 ppm de dureza a 45°C (113°F).

Uma solução de teste diluída (a 0,05 ou 0,04%) é titulada com fornecimento constante de sujidade mista até um ponto final de espuma sob agitação constante. O teste mede a quantidade de sujidade mista requerida para esgotar os surfactantes da composição.

(D) Teste de Espuma em Cilindro:

Este teste é utilizado para determinar a capacidade de formação de espuma de uma composição detergente líquida numa água de 50 ppm de dureza a 45°C (113°F).

Coloca-se 100 ml duma solução de teste LAL (Líquido de Acção Ligeira) a 0,1% num cilindro graduado de 500 ml. O cilindro é invertido 20 vezes e é medida a quantidade de espuma. Adiciona-se sujidade (0,01 g) à solução e o cilindro é a seguir de novo invertido 20 vezes. Toma-se então nota da redução do nível de espuma.

Os resultados dos testes para as composições das Operações Nos. 1 e 2 e os resultados das duas diferentes composições comerciais de acção ligeira para lavagem de louça que melhor se vendem no mercado são revelados no Quadro 2.

QUADRO 1

% Média de Remoção de Sujidade

42,2°C (108°F)

Operação 2	50,9
Controlo 2	22,1

Os resultados deste teste indicam que a composição da Operação No. 2 remove duas vezes mais sujidade gordurosa a 42,2°C (108°F) do que a marca mais vendida comercialmente de detergente para lavagem manual de louça contendo semelhantes ingredientes activos deterativos, mas que tem uma relação molar de ião magnésio para alquil-benzeno-sulfonato de 0,31:1,0.

QUADRO 2

<u>Método de Teste</u>	<u>Conj. Testes Rendimento I</u>			<u>Conj. Testes Rendimento II</u>		
	<u>Oper.1</u>	<u>Controlo 1</u>	<u>Relação</u>	<u>Oper.2</u>	<u>Controlo 2</u>	<u>Relação</u>
Lavagem						
<u>Manual(1)</u> 0,1% LAL 5,4g lardo 48,9°C(120°F)	34,5	28,5	1,21	---	----	---
Lavagem						
<u>Manual(1)</u> 0,075% LAL 5,4g lardo 48,9°C(120°F)	---	----	---	35,7	33,4	1,07
Remoção de						
<u>gordura(2)</u> 1% LAL 600 ciclos 60 rpm sujeidade de lardo 26,7°C(80°F)	107	40	2,68	220	190	1,16
Teste Dinâmico de						
Estabilidade de						
<u>Espuma(3)</u> 45°C(113°F)	1,21	1,09	1,11	1,37	1,28	1,07
Espuma em						
<u>Cilindro(4)</u>	375/	205/	1,83/	365/	285/	1,28/

0,1/LAL	342	165	2,07	335	265	1,26
---------	-----	-----	------	-----	-----	------

20 ciclos  
30 rpm  
37,8°C (100°F)  
(0,01 sujidade  
mista de comida)

Em todos os testes foi utilizada água de 50 ppm de dureza.

- (1) Os resultados de lavagem manual são a contagem de pratos até ao ponto final de espuma.
- (2) Os resultados da remoção de gordura são miligramas de lardo removido.
- (3) Os resultados da Estabilidade de Espuma Dinâmica são as relações de rendimento de espuma versus uma composição detergente líquida padrão contendo 34% de ingredientes surfactantes.
- (4) Os resultados do teste de cilindro são  $\text{cm}^3$  de espuma (sem sujidade/com sujidade).

Controlo 1: Marca que melhor se vende no mercado de composição para lavagem manual de louça contendo 50% de ingredientes activos incluindo 17% de alquil linear-benzeno-sulfonato, 23% de alquil-etoxi-sulfato, 10% de monoetanolamida de ácido gordo e um teor total em magnésio de 0,70%. Esta composição tem uma relação molar de magnésio para alquil-benzeno-sulfonato de 0,58:1,0.

Controlo 2: Segunda marca que melhor se vende no mercado de composição para lavagem manual de louça contendo 56% de ingredientes activos incluindo 24% de alquil

linear-benzeno-sulfonato, 22% de  
alquil-etoxi-sulfato .30E, 10% de monoetanolamida  
etoxilada de ácido gordo e contendo também 0,5% de  
magnésio, correspondendo a uma relação molar de  
magnésio para alquil-benzeno-sulfonato de 0,31:1,0.

Exemplo 2

Uma composição detergente líquida estável derramável é preparada por misturação dos seguintes ingredientes num equipamento de misturação de líquidos de baixo corte convencional nas seguintes proporções:



	<u>Operação No.</u>	
	<u>1</u>	<u>2</u>
	(% peso)	
Água, desionizada	22,1	17,6
TEA lauril-sulfato	-	12,0
Alquil-etoxi-sulfato de sódio .3EO	14,0	15,2
Xileno-sulfonato de sódio (sol.40%)	12,0	13,1
Cumeno-sulfonato de sódio (sol. 45%)	4,7	5,2
Óxido de magnésio	1,8	1,1
MgSO <sub>4</sub> .7H <sub>2</sub> O	4,8	5,5
Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	-	0,5
Monoetanolamida láurico-mirística ("prill")	8,0	8,0
Propileno glicol	2,3	2,5
Ácido dodecil-benzeno-sulfônico	30,3	19,3
	<hr/>	<hr/>
Total	100%	100%
Consistência a 25°C	Líquido fisicamente estável	Líquido fisicamente estável

REIVINDICAÇÕES

1ª. - Processo para a preparação de uma composição detergente líquida para lavagem de louça, que apresenta estáveis características de formação de espuma e que é especialmente eficaz na remoção de sujidades oleosas, caracterizado por se incluir na referida composição:

(A) cerca de 20 a cerca de 70%, em peso, de um sistema surfactante constituído por:

(a) cerca de 15 a cerca de 35%, em peso, de sal de magnésio de um surfactante aniónico de ácido alquil  $C_{10}$ - $C_{18}$ -benzeno-sulfónico;

(b) cerca de 1 a cerca de 5%, em peso, de um sal de magnésio solúvel em água, numa quantidade tal que a relação molar de ião magnésio total para alquil-benzeno-sulfonato varia de cerca de 0,65:1,0 a 1,0:1,0;

(c) cerca de 1 a cerca de 20%, em peso, de um alquil  $C_{10}$ - $C_{16}$  primário-etoxi-sulfato solúvel em água contendo uma média de cerca de 1 a cerca de 6 grupos de óxido de etileno por grupo alquilo no alquil-éter-sulfato, e

(d) cerca de 0 a cerca de 20%, em peso, de uma amina primária, secundária ou terciária ou sal de metal alcalino de alquil  $C_{10}$ - $C_{18}$ -sulfato; e

(B) cerca de 0,5 a cerca de 8%, em peso, de um agente promotor de espuma seleccionado do grupo formado por mono- ou di-alcanol  $C_1$ - $C_5$ -amidas etoxiladas  $C_{10}$ - $C_{18}$  e não etoxiladas e

alquil C<sub>12</sub>-C<sub>14</sub>-amidas condensadas com até cerca de 15 mol de óxido de etileno por mol de amida;

(C) cerca de 0 a cerca de 10%, em peso, de um solvente orgânico pouco irritante;

(D) cerca de 0 a cerca de 10%, em peso, de hidrótropo; e

(E) cerca de 0 a cerca de 10%, em peso, de um ou mais aditivos facultativos seleccionados do grupo formado por agentes de quelação, agentes corantes, pigmentos, perfumes, bactericidas, fungicidas, conservantes, agentes filtrantes da luz solar, modificadores de pH, agentes tampão de pH, opacificantes, antioxidantes, proteínas e

(F) água a perfazer.

2ª. - Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por se incluir na referida composição:

(A) cerca de 30 a 55%;

(B) cerca de 1 a 6%;

(C) cerca de 5 a 8%;

(D) cerca de 0 a 6%;

(E) cerca de 0 a 3%; e

(F) água a perfazer.

3ª. - Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por o sistema surfactante (A) ser constituído por (a) cerca de 19 a cerca de 21%, em peso, de sal de magnésio de um ácido alquil  $C_{10}$ - $C_{18}$ -benzeno-sulfónico; (b) uma quantidade de um sal de magnésio solúvel em água, suficiente para que a relação molar de ião magnésio total para alquil-benzeno-sulfonato varie de cerca de 0,65:1,0 a 0,8:1,0; (c) cerca de 10 a cerca de 13%, em peso, de um  $C_{10}$ - $C_{16}$  alquil-etoxi-sulfato com 3 grupos de óxido de etileno por mol de álcool, e (d) cerca de 10 a cerca de 15%, em peso, de um alquil  $C_{10}$ - $C_{16}$ -sulfato.

4ª. - Processo para a preparação de uma composição detergente líquida fisicamente estável, para lavagem de louça, caracterizado por se incluir na referida composição:

(A) cerca de 30 a cerca de 70%, em peso, de ingredientes activos deterativos constituídos por:

(a) cerca de 10 a cerca de 50%, em peso, de sal de magnésio de um ácido alquil  $C_{10}$ - $C_{18}$ -benzeno-sulfónico;

(b) cerca de 1 a cerca de 5%, em peso, de um sal de magnésio solúvel em água, numa quantidade tal que a relação molar de ião magnésio total para alquil-benzeno-sulfonato varia de cerca de 0,65:1,0 a 1,0:1,0;

(c) cerca de 1 a cerca de 27%, em peso, de um sal alquil  $C_{10}$ - $C_{16}$  primário-etoxi-sulfato solúvel em água contendo uma média de cerca de 1 a cerca de 6 grupos de óxido de etileno por grupo alquilo;

(d) cerca de 0 a cerca de 27%, em peso, de uma amina primária ou sal de metal alcalino de alquil  $C_{10}$ - $C_{16}$ -sulfato; e

(B) cerca de 0,6 a cerca de 11%, em peso, de um agente promotor de espuma seleccionado do grupo formado por mono- ou di-alcanol  $C_1$ - $C_5$ -amidas  $C_{10}$ - $C_{16}$  e alquil  $C_{12}$ - $C_{14}$ -amidas condensadas com até cerca de 15 mol de óxido de etileno por mol de amida;

(C) cerca de 0 a cerca de 10%, em peso, de um solvente orgânico pouco irritante;

(D) cerca de 0 a cerca de 8%, em peso, de hidró-tropo; e

(F) água a perfazer.

5ª. - Processo de acordo com a reivindicação 4, caracterizado por se incluir ne referida composição:

(A) cerca de 60 a 65%;

(B) cerca de 1 a cerca de 8%;

(C) cerca de 2,5 a cerca de 3,5%;

(D) cerca de 1 a cerca de 5%; e

(E) água a perfazer.

6ª. - Processo de acordo com a reivindicação 4, caracterizado por o sistema surfactante (A) ser constituído por um sal

de magnésio solúvel em água numa quantidade suficiente para fornecer uma relação molar de ião magnésio total para alquil-ben-zeno-sulfonato de magnésio na gama de 0,65:1,0 a 0,8:1,0.

Lisboa, 19 de Novembro de 1991



**J. PEREIRA DA CRUZ**  
Agente Oficial da Propriedade Industrial  
RUA VICTOR CORDON, 10-A 3.º  
1200 LISBOA