



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 357 380**

51 Int. Cl.:
C11D 11/00 (2006.01)
C11D 17/06 (2006.01)
C11D 11/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **99963299 .5**
96 Fecha de presentación : **13.11.1999**
97 Número de publicación de la solicitud: **1131400**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **12.09.2001**

54 Título: **Procedimiento para la obtención de granulados de tensioactivos.**

30 Prioridad: **23.11.1998 DE 198 53 893**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
25.04.2011

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
25.04.2011

73 Titular/es: **COGNIS IP MANAGEMENT GmbH**
Henkelstrasse 67
40589 Düsseldorf, DE

72 Inventor/es: **Schmid, Karl-Heinz y**
Breucker, Christoph

74 Agente: **Carvajal y Urquijo, Isabel**

ES 2 357 380 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la obtención de granulados de tensioactivos

La invención se refiere a un procedimiento para llevar a cabo la obtención de granulados de tensioactivos, que contiene tensioactivos aniónicos, por medio de la granulación y del secado simultáneo en el lecho fluidizado, trabajándose en presencia de bases volátiles, así como a su empleo para llevar a cabo la obtención de agentes de lavado, de fregado, y de limpieza y a agentes para la higiene bucal, especialmente de pH neutro.

Los tensioactivos aniónicos, tales como los sulfatos de alquilo y los alquilétersulfatos son tensioactivos usuales, que encuentran una amplia aplicación en los procesos de limpieza de todo tipo como consecuencia de su elevada fuerza de lavado. En función de sus procedimientos de obtención, estos tensioactivos aniónicos se presentan, en la mayoría de los casos, en forma de sal como soluciones o pastas acuosas, que se transforman en sus polvos o bien en sus granulados por ejemplo por medio de la tecnología convencional del sacado, especialmente en la torre de pulverización o en dispositivos de granulación. Sin embargo, a las temperaturas de secado, que reinan en dichos dispositivos, se descompondrían de forma autocatalítica las soluciones o las pastas, de pH neutro, de los alquil(éter)sulfatos para dar los correspondientes cuerpos de base olefinicos y las correspondientes sales de hidrogenosulfato, que actúan, a su vez, como ácidos en solución acuosa. Por este motivo dichas pastas son dotadas, de conformidad con el estado de la técnica, con una denominada reserva de álcali, es decir que dichas pastas son combinadas con un exceso de hidróxidos libres, de manera especial con un exceso de hidróxido de sodio. El hidróxido de sodio es capaz entonces de captar los ácidos, que se forman en caso dado por autocatálisis y, de este modo, detienen el proceso de descomposición. Puesto que la reserva de álcali es aportada en exceso, por lo general en cantidades tales que, por ejemplo, una pasta de sulfato de alcoholes grasos presente un valor de pH situado por encima de 10, siempre permanecen en la solución o en la pasta acuosa de los alquil(éter)sulfatos pequeñas cantidades residuales de hidróxido de sodio, que no es consumido. Incluso después del proceso de secado de las soluciones o de las pastas, para dar los correspondientes polvos o granulados, las cantidades residuales de la reserva de álcali se encuentran presentes en los tensioactivos aniónicos a modo de ingrediente secundario. Sin embargo, estos ingredientes alcalinos residuales en los tensioactivos aniónicos plantean problemas en una serie de aplicaciones, dado que pueden conducir a dislocaciones del olor y del color, por ejemplo como consecuencia de las interacciones no deseadas con las materias primas perfumantes o con los colorantes. Por otra parte, existe una serie de campos de aplicación, por ejemplo en la industria cosmética o en el sector de los agentes de lavado, de fregado y de limpieza, denominados de pH neutro, en los cuales son deseables tensioactivos aniónicos de pH neutro.

Se conoce por la solicitud de patente alemana publicada, no examinada, DE-A1- 43 04 062 un procedimiento para llevar a cabo la obtención de granulados de tensioactivos, que contienen tensioactivos aniónicos, que se preparan a partir de pastas acuosas por medio de una granulación y de un secado simultáneo. Con esta finalidad son impulsadas, por separado, pastas acuosas de los tensioactivos aniónicos, en la forma ácida, así como una solución alcalina acuosa, con un medio en estado gaseoso (aire, nitrógeno) y son pulverizadas en una instalación de lecho fluidizado a la que son conducidas por separado o de manera conjunta, con una elevada presión de gas propulsor. Con este procedimiento pueden ser aminoradas las necesidades energéticas, que están relacionadas con el secado de las pastas aniónicas acuosas. De conformidad con esta solicitud de patente publicada, no examinada, son empleados para llevar a cabo la neutralización de los tensioactivos aniónicos, en la forma ácida, soluciones alcalinas de hidróxidos, de carbonatos o de hipocloritos de sodio o de potasio. Sin embargo, estos productos permanecen en los granulados aniónicos preparados de tal manera, que tampoco pueden ser resueltos con este procedimiento los inconvenientes del estado de la técnica, que han sido citados.

Se conoce por la publicación DE 197 07 649 C1 un procedimiento para llevar a cabo la obtención de materias primas para agentes de lavado por medio del secado y la granulación simultáneos de pastas acuosas en un evaporador de capa delgada. El secado de estas pastas se lleva a cabo a una temperatura situada en el intervalo comprendido entre 120 y 130 °C en presencia de un aporte de carbonato alcalino en la pasta y/o en presencia de una corriente gaseosa, que ha sido ajustada de forma alcalina.

Por lo tanto, la tarea de la presente invención consistía en proporcionar un nuevo procedimiento para llevar a cabo la obtención de granulados de tensioactivos, que contienen tensioactivos aniónicos, que superen los inconvenientes los inconvenientes del estado de la técnica, que han sido citados. Así mismo, de conformidad con el nuevo procedimiento, debería evitarse de manera eficaz, por un lado, la descomposición autocatalítica de los tensioactivos aniónicos durante su secado. Sin embargo, en contra de lo que ocurre en el caso de los procedimientos conocidos hasta el presente, ya no deberían estar presentes cantidades residuales perjudiciales de sustancias alcalinas en los granulados de tensioactivos formados. De igual modo, se deseaba en el ámbito de la invención llevar a cabo la obtención de tensioactivos aniónicos en forma de granulados con un elevado peso a granel, que presentasen únicamente una pequeña proporción de polvo volátil.

De manera sorprendente, se ha resuelto la tarea por medio de la combinación con bases volátiles de las pastas de tensioactivos acuosas, que contiene tensioactivos aniónicos (en forma de sal), antes y/o durante la granulación y el secado simultáneo en lecho fluidizado.

5 La invención se basa en el descubrimiento de que, con el procedimiento de conformidad con la invención, son accesibles granulados de tensioactivos aniónicos, que no contienen cantidades residuales, o que contienen pequeñas cantidades residuales, de sustancias alcalinas de tal manera, que no provocan interacciones indeseables con los perfumes ni con los colores. Por otra parte, la invención se basa en el descubrimiento de que, por medio de la presencia ubicua de las bases volátiles en el lecho fluidizado, incluso en los puntos más alejados de la instalación, por ejemplo en el filtro, se aminoran de una manera completamente eficaz las descomposiciones de los
10 tensioactivos aniónicos secos, ya formados, bajo una sollicitación térmica y se reducen sobre las paredes las formaciones de costras del producto descompuesto.

15 Por lo tanto, un objeto de la presente invención se refiere a un procedimiento para llevar a cabo la obtención de granulados de tensioactivos, presentando la solución acuosa, tras la disolución de los granulados de tensioactivos en agua, un valor del pH comprendido entre 7 y 9,5, por medio de la granulación y el secado simultáneo, en lecho fluidizado, de una preparación de tensioactivos acuosa, que contiene tensioactivos aniónicos en forma de sal, caracterizado porque antes o durante la granulación y el secado simultáneo son aportadas, en forma de soluciones acuosas, bases volátiles en cantidades comprendidas entre un 0,05 y un 5 % en peso – con relación a la sustancia activa de los tensioactivos aniónicos en la preparación acuosa de tensioactivos.

20 En el sentido de la presente invención son empleadas para el procedimiento preparaciones de tensioactivos acuosas, que contienen tensioactivos aniónicos. En el caso más sencillo se trata, en esta ocasión, de preparaciones acuosas de tensioactivos que contienen, de manera exclusiva, tensioactivos aniónicos. De manera preferente, estas preparaciones son empleadas en forma de pastas acuosas, de manera especial con un contenido en sustancia activa situado en el intervalo comprendido entre un 25 y un 90 % en peso - con relación a las pastas acuosas de tensioactivos aniónicos-.

25 Los ejemplos típicos de tensioactivos aniónicos son los sulfatos de alcoholes grasos, los étersulfatos de alcoholes grasos, los étersulfatos de glicerina, los hidroxieétersulfatos mixtos, los monoglicérido(éter)sulfatos, los (éter)sulfatos de amidas de los ácidos grasos y los alquiloligoglucósidosulfatos. En tanto en cuanto los tensioactivos aniónicos contengan cadenas de poliglicoléter, estas pueden presentar una distribución convencional de los homólogos pero, sin embargo, presentan una distribución acotada de los homólogos, de manera preferente.

30 En el sentido de la invención serán empleados de manera preferente, a título de tensioactivos aniónicos, los sulfatos de alcoholes grasos y/o los étersulfatos de alcoholes grasos. De manera especial, son adecuados aquellos que siguen la fórmula (I),



35 en la que R¹ significa un resto alquilo y/o un resto alqueno lineal o ramificado, con 6 hasta 22 átomos de carbono, m significa 0 ó números comprendidos entre 1 y 10 y X significa un metal alcalino y/o un metal alcalino térreo, amonio, alquilamonio, alcanolamonio o glucamonio.

40 Es especialmente preferente el empleo de sulfatos a base de fracciones industriales de alcoholes con 12/14 átomos de carbono o bien con 12/18 átomos de carbono, que están basadas en los aceites y en las grasas naturales tales como el aceite de coco, el aceite de pepitas de palma, la palestearina o el sebo o bien incluso basados en los alcoholes de Ziegler o bien de los oxoalcoholes con un intervalo comprendido entre 8 y 15 átomos de carbono (o sus mezclas formadas por los alcoholes lineales, que han sido citados más arriba, procedentes de los aceites y de las grasas naturales o bien de los alcoholes de Ziegler con oxoalcoholes) en forma de sus sales de sodio, de potasio y/o magnesio.

45 Los ejemplos típicos de los étersulfatos de los alcoholes etoxilados en promedio con 1 hasta 10 y, de manera especial, con 2 hasta 5 moles de óxido de etileno, se eligen entre el grupo, que está constituido por el alcohol caprónico, el alcohol caprílico, el alcohol 2-etilexilico, el alcohol caprónico, el alcohol laurílico, el alcohol isotridecílico, el alcohol miristílico, el alcohol cetílico, el alcohol palmoleílico, el alcohol estearílico, el alcohol isoestearílico, el alcohol oleílico, el alcohol elaidílico, el alcohol petroselinico, el alcohol araquílico, el alcohol gadoleílico, el alcohol behenílico, el alcohol erucílico y el alcohol brasidílico así como sus mezclas industriales, en forma de sus sales de
50 sodio y/o de magnesio. En este caso, los étersulfatos pueden presentar tanto una distribución convencional de los homólogos así como, también, una distribución acotada de los homólogos.

Las preparaciones acuosas de tensioactivos, que son empleadas en el sentido de la invención, pueden contener de manera facultativa, además de los tensioactivos aniónicos, que están contenidos de manera obligatoria, otros

tensioactivos o bien incluso aditivos que, de manera preferente, sean ingredientes de los agentes de lavado y de limpieza.

De manera preferente, en las reparaciones acuosas de tensioactivos están contenidos tensioactivos no iónicos, a título de otros tensioactivos. A título de tensioactivos no iónicos son adecuados los alcoholes líquidos alcoxilados, de manera ventajosa etoxilados, de manera especial primarios, preferentemente con 9 hasta 18 átomos de carbono y, en promedio, con 1 hasta 12 moles de óxido de etileno (EO) por mol de alcohol, pudiendo ser los alcoholes, que constituye el producto de base, lineales o pudiendo estar ramificados con metilo en la posición 2, o bien contienen en mezclas restos lineales y ramificados con metilo, como los que se presentan de manera usual en los restos de los oxoalcoholes. De manera especial, los tensioactivos no iónicos, del tipo que ha sido citado, se derivan de los alcoholes lineales, de origen natural, con 12 hasta 18 átomos de carbono tales como el alcohol de coco, el alcohol graso de sebo o el alcohol oleílico. Los grados de etoxilación, que han sido indicados, representan valores medios estadísticos que, para un producto especial, puede ser un número entero o un número fraccionario. Los alcoholetoxilatos preferentes presentan una distribución acotada de los homólogos (narrow range ethoxylates, NRE). Son especialmente preferentes los alcoholetoxilatos que presenten, en promedio, desde 2 hasta 8 grupos de óxido de etileno.

A los alcoholes etoxilados preferentes pertenecen, por ejemplo, los oxoalcoholes con 9 hasta 11 átomos de carbono con 7 EO, los oxoalcoholes con 13 hasta 15 átomos de carbono con 3 EO, con 5 EO o con 7 EO y, de manera especial, los alcoholes con 12 a 14 átomos de carbono con 3 EO o con 4 EO, los alcoholes con 12 hasta 18 átomos de carbono con 3 EO, con 5 EO o con 7 EO y las mezclas de los mismos, tales como las mezclas formadas por alcoholes con 14 a 14 átomos de carbono con 3 EO y por los alcoholes con 12 a 18 átomos de carbono con 5 EO.

Por otra parte, pueden estar contenidos en las formas acuosas de la preparación de tensioactivos, a título de tensioactivos no iónicos, los alquilglicósidos de la fórmula general $R-O-(G)_x$, en la que R significa un resto alifático primario de cadena lineal o ramificado con metilo en la posición 2, de manera preferente con 12 hasta 18 átomos de carbono, G es el símbolo, que corresponde a una unidad de glicosa con 5 o con 6 átomos de carbono, y el grado de oligomerización x está comprendido entre 1 y 10, de manera preferente está comprendido entre 1 y 2 y, de manera especial, es menor que 1,4.

En tanto en cuanto los tensioactivos no iónicos estén contenidos en las preparaciones acuosas de tensioactivos con los tensioactivos aniónicos, podrá variar su cantidad empleada dentro de amplios límites. Por regla general los tensioactivos no iónicos están contenidos en las preparaciones acuosas de tensioactivos en cantidades de hasta un 50 % en peso inclusive - calculado como sustancia activa y con relación a la sustancia activa de los tensioactivos -

La preparación acuosa de tensioactivos puede contener aditivos, a títulos de otros constituyentes, que son, de manera preferente, ingredientes de los agentes de lavado y de limpieza, preferentemente en cantidades comprendidas entre un 0,001 y un 80 % en peso, con relación a la sustancia activa de la preparación acuosa de tensioactivos. Los aditivos, especialmente preferentes, son las sustancias adyuvantes inorgánicas tales como las zeolitas, el SKS6, el carbonato de sodio, el sulfato de sodio, el Aerosil y/o las sustancias adyuvantes orgánicas tales como los almidones, la celulosa, los éteres de celulosa, la celulosa microcristalina y similares.

Serán preferentes, en el sentido de la invención, las pastas acuosas a título de preparaciones acuosas de tensioactivos, que contengan a título de tensioactivos, de manera exclusiva, tensioactivos aniónicos, de manera especial sulfatos de alcoholes grasos y/o étersulfatos de alcoholes grasos en forma de sus sales de sodio, de potasio y/o de magnesio. Tales pastas pueden ser adquiridas en el comercio y actualmente dispone de una adición de hidróxidos acuosos, a título de reserva de álcali. Con objeto de evitar la autocatálisis, no deseada, los hidróxidos acuosos son aportados en el estado de la técnica, actual, en la mayoría de los casos en cantidades tales, que presenten un valor del pH por encima de 10, por ejemplo, las pastas de los sulfatos de los alcoholes grasos (medido como solución acuosa al 1 % en peso). El aporte de los hidróxidos acuosos se lleva a cabo, con ocasión de la obtención de los sulfatos de los alcoholes grasos, por medio de una neutralización continua.

Ahora es posible, de conformidad con la presente invención, emplear tanto pastas de tensioactivos aniónicos altamente concentradas, así como, también, pastas de tensioactivos aniónicos de baja concentración, con menores cantidades de reservas de álcali. Por regla general, las pastas de tensioactivos aniónicos presentan una cantidad de reservas de álcali tal, que el valor del pH está comprendido entre 7 y 9,5. Dichos valores del pH de las pastas de los tensioactivos aniónicos pueden ser ajustadas ya con ocasión de la obtención de los sulfatos en la etapa de la neutralización, una vez llevada a cabo la sulfatación de los alcoholes, por medio de la adición de la cantidad calculada de hidróxidos, de manera especial de hidróxido de sodio. Esto es especialmente recomendable para las pastas de tensioactivos aniónicos de alta viscosidad, de manera especial para aquellas que presenten contenidos en sustancia activa comprendidos entre un 60 y un 90 % en peso. En el caso de pastas de tensioactivos aniónicos de baja viscosidad con contenidos en sustancia activa situados por debajo de un 30 % en peso, puede procederse de la misma manera. Sin embargo, también pueden ser neutralizadas ulteriormente las pastas de tensioactivos aniónicos de baja viscosidad, que pueden ser adquiridas en el comercio, con elevadas reservas de álcali, de manera

preferente en primer lugar con ácidos inorgánicos y/u orgánicos usuales, por ejemplo con el ácido cítrico, con el ácido fosfórico, con el ácido láctico, con el ácido glicólico, el ácido glucónico o con el ácido sulfúrico, de manera especial con el ácido cítrico, de manera preferente hasta un valor del pH comprendido entre 7 y 9,5. En caso deseado, también puede ajustarse con los ácidos un valor del pH bajo, situado por debajo de 7, por ejemplo en el caso de las pastas de étersulfatos de alcoholes grasos de baja viscosidad. En el ámbito de la invención, también es posible, naturalmente, el empleo de pastas acuosas neutras de tensioactivos aniónicos, que no hayan sido estabilizadas con una reserva de álcali adicionalmente por medio del aporte de hidróxidos. En el sentido de la presente invención son consideradas como (pastas de) tensioactivos aniónicos de pH neutro, todas las (pastas de) tensioactivos aniónicos que presenten un valor del pH comprendido entre 7 y 9,5.

En el sentido de la invención es ventajoso ahora que dichas pastas de tensioactivos de pH neutro, que contiene tensioactivos aniónicos, sean granuladas y secadas en presencia de bases volátiles. Se entenderá por el concepto de bases en el ámbito de la invención, de manera preferente, aquellos compuestos que sean capaces de aceptar protones en el sentido de la definición de las bases según Broenstedt. Entre estos compuestos deben entenderse aquellos compuestos, que ya sean base de por sí, tales como el amoniaco o las aminas, así como también, aquellos compuestos que solamente liberan bases por medio de la descomposición, tal como el carbonato de amonio. Se denominan bases volátiles, en el sentido de la invención, aquellas bases que sean gaseosas, de manera preferente, a las temperaturas que reinan en las instalaciones del lecho fluidizado, de manera especial a 60 °C y por debajo de este valor. De manera especial, son adecuadas como bases volátiles aquellas que ya sean volátiles a la temperatura ambiente (aproximadamente 20 °C), tales como el amoniaco y/o las monoalquilaminas, las dialquilaminas y las trialquilaminas con 1 y/o con 2 átomos de carbono en el resto alquilo. El amoniaco es especialmente adecuado. El amoniaco puede ser empleado en ese caso en forma de gas o en forma de sus soluciones acuosas, tal como el amoniaco concentrado. En el sentido de la presente invención serán empleadas las bases volátiles preferentemente en las cantidades comprendidas entre un 0,05 y un 5, de manera especial comprendidas entre un 0,1 y un 1 % en peso – calculado como contenido substancia activa en base y con relación al contenido de substancia activa en tensioactivos aniónicos en la preparación acuosa de tensioactivos -.

De conformidad con una forma de realización de la presente invención, las bases volátiles pueden ser aportadas directamente a las pastas de tensioactivos, que contienen tensioactivos aniónicos, como paso previo a su granulación y a su secado simultáneo. Las bases volátiles, especialmente el amoniaco, son aportadas en forma de sus soluciones acuosas, de manera especial en forma de amoniaco concentrado, a las preparaciones de tensioactivos acuosas, que contienen tensioactivos aniónicos, en caso dado como paso ajustadas previamente a pH neutro, antes de que estas sean inyectadas en la instalación de lecho fluidizado y de que sean sometidas a la granulación y al secado simultáneo. No obstante, también es posible inyectar de manera concomitante una solución acuosa de las bases en la instalación de lecho fluidizado con las preparaciones acuosas de tensioactivos, que contienen tensioactivos aniónicos, que han sido ajustadas en caso dado previamente a pH neutro, e independientemente de las mismas. Esto puede llevarse a cabo alternativamente en paralelo, con la ayuda de una bomba de pistones múltiples. Sin embargo, también pueden ser alimentadas en la instalación de lecho fluidizado las preparaciones acuosas de tensioactivos con los tensioactivos aniónicos, como es usual, a través de una tobera y las soluciones acuosas de las bases, especialmente el amoniaco concentrado, pueden ser inyectadas preferentemente por encima del fondo perforado de la instalación de lecho fluidizado. Puesto que existe una presión negativa por encima del fondo perforado, la solución acuosa de las bases es aspirada de manera sencilla hasta el lecho fluidizado. De conformidad con una segunda forma de realización de la presente invención, las bases volátiles son aportadas al aire fluidizante, que es alimentado para llevar a cabo la granulación y el secado en la instalación de lecho fluidizado. De conformidad con esta forma de realización, son inyectadas de manera conveniente en este caso en la instalación de lecho fluidizado las preparaciones acuosas de tensioactivos, que contienen tensioactivos aniónicos, que están ajustadas en caso dado al pH neutro y, solamente entonces, son granuladas y secadas en presencia de las bases volátiles, que son aportadas con el aire fluidizante, preferentemente el amoniaco en forma gaseosa. Naturalmente, también es posible en el ámbito de la invención combinar entre sí dos o varias de las formas de realización que han sido descritas.

Las preparaciones acuosas de tensioactivos, que contienen tensioactivos aniónicos, preferentemente las pastas acuosas de tensioactivos aniónicos, pueden ser granuladas y simultáneamente pueden ser secadas en el lecho fluidizado solas o bajo el aporte de materiales de soporte sólidos. El agua se evapora en el lecho fluidizado a partir de la preparación (pastas), con lo cual se forman gérmenes presecados hasta secados, que son recubiertos, granulados y a su vez simultáneamente secados con los materiales de soporte, que son aportados en caso dado. En tanto en cuanto deban ser aportados materiales de soporte, estos serán aportados simultáneamente con las preparaciones acuosas de tensioactivos (pastas), pero independientemente de las mismas, preferentemente por medio de una dosificación para materias sólidas, regulada de forma automática. En tanto en cuanto sean aportados materiales de soporte, en el sentido de la invención, estos estarán constituidos, de manera preferente, por materiales de soporte inorgánicos y, de manera especial, estarán constituidos por carbonatos alcalinos, por sulfatos alcalinos, por silicatos alcalinos cristalinos o amorfos, por silicatos estratificados cristalinos o amorfos y/o por zeolitas. La proporción de materiales de soporte con respecto al tensioactivo no es crítica y puede corresponder a una relación en peso comprendida entre 0:100 y 50:50, de manera preferente puede ser de hasta 80:20.

En el sentido de la presente invención, se llevan a cabo la granulación y el secado simultáneo, de manera preferente, en el lecho fluidizado continuo, de conformidad con el procedimiento denominado SKET. Las instalaciones de lecho fluidizado, que son empleadas de manera preferente, tienen placas de fondo (platos perforados) con un diámetro comprendido entre 0,4 y 5 metros, por ejemplo de 1,2 metros o de 2,5 metros. Como
5 placas de fondo pueden ser empleadas las placas de fondo perforadas, una placa Contidurplatte (producto comercial de la firma Hein & Lehmann, Republica Federal de Alemania) o placas de fondo perforadas, cuyos orificios (orificios de paso) estén cubiertos por una tela metálica con una anchura de malla menor que 600 μm . En ese caso, la tela metálica puede estar dispuesta dentro o fuera de los orificios de paso. De una manera preferente, la tela metálica se encuentra situada, sin embargo, directamente por encima de los orificios de paso del plato de afluencia. De manera
10 ventajosa, esto se realiza de tal manera, que se sinteriza superficialmente una gasa metálica con la anchura de malla correspondiente. De manera preferente, la gasa metálica está constituida por el mismo material que los platos de afluencia, de manera especial son de acero inoxidable. De manera preferente, la anchura de malla de la citada tela metálica está comprendida entre 200 y 400 μm .

De manera preferente, se llevará a cabo el procedimiento en el sentido de la invención con velocidades del aire fluidizante comprendida entre 1 y 8 m/s y, de manera especial, comprendida entre 1,5 y 5,5 m/s. La descarga de los granulados se lleva a cabo, de manera ventajosa, por medio de una clasificación por tamaños de los granulados. Esta clasificación se lleva a cabo, de manera preferente, por medio de una corriente de aire que circula a contracorriente (aire de clasificación), que está regulada de tal manera, que solamente son retiradas del lecho fluidizado las partículas a partir de un determinado tamaño de las partículas y las partículas de menor tamaño son
20 recicladas hasta el lecho fluidizado. El aire entrante está constituido por el aire de clasificación, calentado o no calentado, y por el aire del fondo calentado. En este caso, la temperatura del aire del fondo se encuentra situada, de manera preferente, entre 80 y 400 $^{\circ}\text{C}$. El aire fluidizante se enfría como consecuencia de las pérdidas de calor y como consecuencia de los calores de evaporación y, de manera preferente, toma un valor aproximadamente a una distancia de 5 cm por encima de la placa del fondo, comprendido entre 60 y 120 $^{\circ}\text{C}$, de manera preferente
25 comprendido entre 65 y 90 $^{\circ}\text{C}$ y, de manera especial, comprendido entre 70 y 85 $^{\circ}\text{C}$. La temperatura de salida del aire está comprendida, de manera preferente, entre 60 y 120 $^{\circ}\text{C}$, de manera especial se encuentra por debajo de 80 $^{\circ}\text{C}$. Otras realizaciones ventajosas del procedimiento, de conformidad con la invención, se encuentran en la solicitud de patente alemana P 197 504 24.8 que actualmente no ha sido publicada todavía, así como en la memoria descriptiva de la patente europea EP-B-603 207.

Para llevar a cabo la granulación y el secado en el lecho fluidizado es conveniente que este presente una masa de partida al inicio del procedimiento, cuya masa sirva como soporte inicial para la pasta de tensioactivos inyectada. Como masas de partida son adecuados los propios granulados de tensioactivos, que contienen, en caso dado, materiales de soporte, cuyos granulados hayan sido obtenidos ya en el desarrollo previo del procedimiento o los materiales soporte pueden ser empleados en forma de masa de partida. Como masa de partida serán empleaos, de
35 manera especial, los granulados de tensioactivos, que han sido obtenidos ya a partir de un desarrollo previo del procedimiento, con un tamaño de grano situado en el intervalo comprendido entre 0,1 y 1,6 mm.

De manera preferente, los granulados, que son obtenidos a partir del lecho fluidizado, son enfriados a continuación en un lecho fluidizado independiente y son clasificados, por medio de un tamiz, en granulados con tamaños de granos comprendidos entre 0,1 y 1,6 mm, como fracción de grano seleccionado, y en granulados por encima de 1,6
40 mm, como fracción de grano retenido, mientras que las partículas con un tamaño menor que 0,1 mm llegan ya hasta un filtro para el aire de escape durante el secado en el lecho fluidizado, siendo separadas en el mismo del aire de escape y, a continuación, pueden ser enviadas de nuevo, como material de germen, hasta el lecho fluidizado. La fracción de grano retenido es molida y también es reciclada hasta el lecho fluidizado.

En el sentido de la presente invención, se considera que están secos los granulados de tensioactivos, en tanto en cuanto el contenido en agua libre se encuentre, de manera preferente, por debajo de un 10 % en peso, de manera especial cuando se encuentre comprendido entre un 0,1 y un 2 % en peso, respectivamente con relación a los granulados acabados.

De acuerdo con el procedimiento, de conformidad con la invención, se obtienen granulados de tensioactivos con un elevado peso a granel, de manera preferente situado por encima de 500 g/l y, de manera especial, comprendido
50 entre 550 y 1.000 g/l. El contenido de substancia activa oscila, de conformidad con el aporte de los materiales de soporte, que son empleados, y se encuentra, de manera especial, por encima de un 50 % en peso, de manera preferente se encuentra comprendido entre un 85 y un 98 % en peso.

Los granulados de tensioactivos, que son obtenidos de acuerdo con el procedimiento, de conformidad con la invención, son de pH neutro, es decir que, tras la disolución de los granulados de tensioactivos en agua, la solución acuosa presenta un valor del pH comprendido entre 7 y 9,5. Por otra parte, los granulados de tensioactivos están exentos de polvo y son esparcibles y no son pegajosos o bien apenas son pegajosos de tal manera, que pueden ser
55 manipulados en grandes sacos y pueden ser almacenados en silos.

- Los granulados, de conformidad con la invención, pueden estar contenidos en los agentes de lavado, de fregado y de limpieza en cantidades usuales, de manera preferente en cantidades situadas en el intervalo comprendido entre un 0,1 y un 50 % en peso – con relación al agente -. De manera preferente, los granulados de tensioactivos, preparados de conformidad con la invención, son adecuados para llevar a cabo la obtención de agentes de lavado, de fregado y de limpieza de pH neutro tales como los limpiadores en polvo de pH neutro y los jabones de pH neutro así como, también, son adecuados para la obtención de agentes de limpieza combinados con colorantes tales como los jabones de tocador. Los agentes de lavado, de fregado y de limpieza de pH neutro pueden presentarse en forma de polvo, en forma granulada o en forma de trozo.

Ejemplos.

- 10 Obtención de granulados de sulfatos de alcoholes grasos de pH neutro.

Ejemplo 1

- Se inyectaron de forma continua 10.000 kg de una pasta acuosa, que contenía un 65 % en peso de laurilsulfato de sodio (52 % C 12 / 21 % C 14 / 10 % C 16 / 17 % C 18), con un contenido en álcali libre de un 0,1 % en peso de hidróxido de sodio, con 2.000 kg por hora, a una temperatura de 70 °C, en la instalación de lecho fluidizado (instalación SKET) , presentando el aire para el secado a la entrada en el lecho fluidizado una temperatura de 170 °C, a la salida de 100 °C. En el lecho fluidizado reinaba una temperatura de 60 °C. Durante la alimentación de forma continua de la pasta de tensioactivos se alimentaron al lecho fluidizado, de forma continua, a través del plato perforado de la instalación SKET, 12 kg de una solución acuosa de amoniaco al 25 % por medio de una bomba dosificadora.

- 20 Al cabo de 5 horas se obtuvieron 6.600 kg de laurilsulfato de sodio en forma de granulado con un tamaño de las partículas situado en el intervalo comprendido entre 0,1 y 1,6 mm, con un peso a granel de 620 g/litro y con un contenido en agua de un 1,5 % en peso.

- 25 Una solución acuosa al 1 % del granulado mostró, a 25 °C, un valor del pH de 8,8. Se almacenaron 500 g de este granulado de laurilsulfato de sodio a 80 °C durante 72 horas en una cápsula de porcelana en un armario para el secado. Al cabo de ese tiempo no pudo observarse cualquier tipo de manchas grises en el producto.

Ejemplo 2.

- Se inyectaron, como en el caso del ejemplo 1, en la instalación de lecho fluidizado (instalación SKET), 10.000 kg de una pasta acuosa que contenía un 65 % en peso de laurilsulfato de sodio (52 % C12 / 21 % C 14 / 10 % C 16 / 17 % C 18), con un contenido en álcali libre de un 0,1 % en peso de hidróxido de sodio, de forma continua, con 2.000 kg por hora, a una temperatura de 70 °C, presentando el aire para el secado a la entrada en el lecho fluidizado una temperatura de 180 °C, a la salida de 90 °C. En el lecho fluidizado reinaba una temperatura de 70 °C. Se alimentaron en paralelo, de forma continua, en el lecho fluidizado de la instalación SKET, 24 kg de una solución acuosa de amoniaco al 25 %, por medio de una bomba dosificadora de pistones múltiples, controlada de forma forzada, junto con la pasta acuosa de tensioactivos.

- 35 Al cabo de 5 horas se obtuvieron 6.580 kg de laurilsulfato de sodio en forma de granulado con un tamaño de las partículas situado en el intervalo comprendido entre 0,1 y 1,6 mm, con un peso a granel de 590 g/l y con un contenido en agua de un 1,3 % en peso.

- 40 Una solución acuosa al 1 % del granulado mostró, a 25 °C, un valor del pH de 9,5. Se almacenaron 500 g de este granulado de laurilsulfato de sodio, a 80 °C, durante 72 horas en una cápsula de porcelana en un armario para el secado. Al cabo de ese tiempo no pudo observarse cualquier tipo de manchas grises en el producto.

Ejemplo comparativo 1.

- Se inyectaron, de forma continua, en la instalación de lecho fluidizada (instalación SKET), como en el caso del ejemplo 1, 10.000 kg de una pasta acuosa que contenía un 65 % en peso de laurilsulfato de sodio (52 % C12 / 21 % C 14 / 10 % C 16 / 17 % C 18), con un contenido en álcali libre de un 0,1 % en peso de hidróxido de sodio, con 2.000 kg por hora a una temperatura de 70 °C, presentando el aire para el secado a la entrada en el lecho fluidizado una temperatura de 160 °C, a la salida de 90 °C. En el lecho fluidizado reinaba una temperatura de 60 °C.

Al cabo de 5 horas se obtuvieron 6.580 kg de laurilsulfato de sodio en forma de granulado con un tamaño de las partículas situado en el intervalo comprendido entre 0,1 y 1,6 mm, con un peso a granel de 600 g/litro y con un contenido en agua de un 1,2 % en peso.

Una solución acuosa al 1 % del granulado mostró, a 25 °C, un valor del pH de 9,2. Se almacenaron 500 g de este granulado de laurilsulfato de sodio, a 80 °C, durante 72 horas en una cápsula de porcelana en un armario para el secado. Al cabo de ese tiempo se presentaron en el producto manchas grises individualizadas, que fueron aisladas y que presentaron un valor de pH ácido.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Procedimiento para la obtención de granulados de tensioactivos, presentando la solución acuosa, después de la disolución de los granulados de tensioactivos en agua, un valor del pH comprendido entre 7 y 9,5, por medio de la granulación y del secado simultáneo en el lecho fluidizado de una preparación acuosa de tensioactivos, que contiene tensioactivos aniónicos en forma de sal, caracterizado porque se aportan antes o durante la granulación y el secado simultáneo, en forma de soluciones acuosas, bases volátiles en cantidades comprendidas entre un 0,05 y un 5 % en peso – con relación a la substancia activa de los tensioactivos aniónicos en la preparación acuosa de tensioactivos -.
- 10 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque como preparaciones acuosas de tensioactivos son empleadas pastas acuosas de tensioactivos aniónicos con un contenido en agentes tensioactivos comprendido entre un 25 y un 90 % en peso – con relación a la pasta -.
3. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 o 2, caracterizado porque como tensioactivos aniónicos son empleados sulfatos de alcoholes grasos con 6 hasta 22 átomos de carbono, en forma de sus sales.
4. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 o 2, caracterizado porque como tensioactivos aniónicos son empleados sulfatos de oxoalcoholes con 6 hasta 15 átomos de carbono, en forma de sus sales.
- 15 5. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque es empleado amoniaco acuoso concentrado a título de bases volátiles.
6. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque la granulación y el secado simultáneo se llevan a cabo mediante el aporte de uno o de varios productos sólidos inorgánicos y/u orgánicos.
- 20 7. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque la granulación y el secado simultáneo se llevan a cabo en el lecho fluidizado continuo (procedimiento SKET), verificándose la descarga de los granulados a partir del lecho fluidizado por medio de una clasificación por tamaños.