

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 385 768**

51 Int. Cl.:
B01J 2/30 (2006.01)
C07C 227/44 (2006.01)
C11D 3/33 (2006.01)
C11D 3/37 (2006.01)
B01J 2/22 (2006.01)
C11D 17/00 (2006.01)
C11D 7/32 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **08774531 .1**
96 Fecha de presentación: **30.06.2008**
97 Número de publicación de la solicitud: **2175975**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **21.04.2010**

54 Título: **Procedimiento para la obtención de un producto sólido granulado y estable al almacenaje que contiene esencialmente ácido alfa-alanin-N,N-diacético y/o uno o varios derivados de ácido alfa-alanin-N,N-diacético**

30 Prioridad:
03.07.2007 EP 07111575

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
31.07.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
31.07.2012

73 Titular/es:
BASF SE
67056 Ludwigshafen, DE

72 Inventor/es:
HEINZ, Robert;
FLORE, Karin;
KISSAU, Lars;
HEIDENFELDER, Thomas;
SEEBECK, Tanja y
MRZENA, Frank

74 Agente/Representante:
Carvajal y Urquijo, Isabel

ES 2 385 768 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).

DESCRIPCION

Procedimiento para la obtención de un producto sólido granulado y estable al almacenaje que contiene esencialmente ácido alfa-alanin-N,N-diacético y/o uno o varios derivados de ácido alfa-alanin-N,N-diacético

5 La invención se refiere a un procedimiento para la obtención de un producto sólido granulado y estable al almacenaje que contiene esencialmente un ácido α -alanin-N,N-diacético y/o uno o varios derivados de ácido α -alanin-N,N-diacético, así como a un empleo del producto sólido obtenido según el procedimiento.

El ácido α -alanin-N,N-diacético y sus derivados son conocidos como complejantes biodegradables para iones alcalinotérreos y de metales pesados y formulaciones de limpieza para lavavajillas bajo las marcas registradas Trilon® M de BASF AG, y se describen, a modo de ejemplo, en la EP-A 0 781 762.

10 El ácido α -alanin-N,N-diacético se obtiene mediante secado por pulverizado de una correspondiente mezcla de reacción, y en este caso se produce como polvo amorfo, extremadamente higroscópico, que, debido a su carácter higroscópico, no es apropiado como tal directamente para empleo para la obtención de tabletas para máquinas lavavajillas mediante mezclado con otros componentes, en especial enzimas, peróxidos, sosa, etc, y prensado de la mezcla para dar comprimidos.

15 Por lo tanto se buscaron posibilidades de solución para la transformación de ácido α -alanin-N,N-diacético, que se produce en forma de polvo en el proceso de obtención, en una forma que sea apropiada para empleo en el anterior proceso de obtención de comprimidos.

20 Según el procedimiento de la EP-A 0 845 456 se transforma polvo de ácido α -alanin-N,N-diacético, mezclándose el polvo con un líquido de granulado, secándose y tamizándose, en la forma de un granulado, es decir, de un producto sólido granulado y fácilmente distribuible, que se presenta en forma cristalina, y es conocido como granulado Trilon® M de BASF AG. No obstante, en este caso es problemático que en la elaboración subsiguiente del granulado Trilon® M para dar comprimidos para máquinas lavavajillas se produzcan aglomerados macizos en los émbolos de prensado.

25 Aunque las relaciones no están elucidadas por completo, el pegado de los émbolos de prensado se provoca por una modificación de granulado en el prensado, descomponiéndose el granulado.

30 Es conocido el compactado de materiales de apilado en máquinas de compactado de rodillos, a modo de ejemplo también en la producción de detergentes (véase Martin Holl en; Chemie, instalaciones y procedimientos, edición 08/2001). En este caso, las materias primas se alimentan a través de un embudo, frecuentemente con hélices de carga, a una ranura de laminado entre dos cilindros de un par de cilindros, se compactan bajo presión en la ranura entre cilindros, bajo obtención de costras, que se fraccionan en una instalación de fraccionado en granulados del tamaño deseado, y a continuación se tamizan.

No obstante, el polvo de ácido α -alanin-N,N-diacético no es convenientemente compactable sin otros aditivos.

35 Polietilenglicoles son conocidos como marcas Pluriol® E de BASF AG, y se emplean, a modo de ejemplo, como reguladores de consistencia y agentes aglutinantes en comprimidos de agentes de lavado y limpieza (véase marcas Pluriol® E, información técnica de BASF AG, mayo 2005).

Era tarea de la invención poner a disposición un procedimiento para la obtención de un producto sólido granulado y estable al almacenaje, que contiene esencialmente ácido α -alanin-N,N-diacético y/o uno o varios derivados de ácido α -alanin-N,N-diacético, que es empleable para la obtención de comprimidos para máquinas lavavajillas mediante mezclado con otros aditivos y comprimidos sin los inconvenientes descritos anteriormente.

40 Correspondientemente se encontró un procedimiento para la obtención de un producto sólido granulado y estable al almacenaje, que contiene esencialmente ácido α -alanin-N,N-diacético y/o uno o varios derivados de ácido α -alanin-N,N-diacético, partiendo de un polvo de ácido α -alanin-N,N-diacético y/o uno o varios derivados de ácido α -alanin-N,N-diacético mediante

45 a. compactado de polvo de ácido α -alanin-N,N-diacético y/o uno o varios derivados de ácido α -alanin-N,N-diacético en una prensa de cilindros bajo obtención de costras,

b. ruptura de las costras y

c. tamizado de las costras fraccionadas, que está caracterizado porque el compactado se efectúa en la prensa de cilindros bajo adición de polietilenglicol con un punto de fusión mayor que 35°C.

El procedimiento parte de un polvo de ácido α -alanin-N,N-diacético y/o de uno o varios derivados de ácido α -alanin-N,N-diacético, que se compacta en una prensa de cilindros bajo presión en la ranura entre cilindros. La entrada en la ranura entre cilindros se efectúa habitualmente a través de un embudo de relleno, estando dispuesto en el embudo de relleno frecuentemente una hélice de carga.

- 5 A partir de la ranura entre cilindros se obtienen costras, es decir, productos intermedios más o menos en forma de banda, que se producen en el compactado de cilindros mediante prensado del material de partida, y que se fraccionan a continuación en una instalación de fraccionado y se tamizan.

- Según la invención, a la prensa de cilindros se alimenta un polietilenglicol con un punto de fusión por encima de 35°C junto con el polvo de ácido α -alanin-N,N-diacético y/o uno o varios derivados de ácido α -alanin-N,N-diacético.
10 La limitación a tipos de polietilenglicol con puntos de fusión mayores que 35°C es necesaria para asegurar que el polietilenglicol no se licue en el procedimiento de compactado.

Preferentemente se emplean polietilenglicoles con un punto de fusión mayor que 40°C.

Correspondientemente se emplean de modo especialmente preferente los tipos de polietilenglicol conocidos bajo las marcas registradas Pluriol® de BASF AG Pluriol® E 1500, Pluriol® E 4000 Pulver o Pluriol® E 6000-Pulver.

- 15 La proporción de mezcla entre el polvo de ácido α -alanin-N,N-diacético y/o uno o varios derivados de ácido α -alanin-N,N-diacético y el polvo de polietilenglicol se selecciona de modo que la adición de polietilenglicol se sitúa entre un 2 y un 15 % en peso, referido al peso total de polvo de ácido α -alanin-N,N-diacético y/o uno o varios derivados de ácido α -alanin-N,N-diacético y polvo de polietilenglicol. La adición de polietilenglicol se selecciona preferentemente entre un 5 y un 15 % en peso, referido al peso total de polvo de ácido α -alanin-N,N-diacético y/o uno o varios derivados de ácido α -alanin-N,N-diacético y polvo de polietilenglicol. Es especialmente preferente una adición de polietilenglicol de un 7 % en peso, referido al peso total de polvo de ácido α -alanin-N,N-diacético y/o uno o varios derivados de ácido α -alanin-N,N-diacético y polvo de polietilenglicol.
20

El compactado en una prensa de cilindros se lleva a cabo preferentemente bajo una presión, referida a la anchura de cilindro y al diámetro de cilindro, de 2 a 10 N/mm x mm.

- 25 También es objeto de la invención el empleo del producto sólido granulado y estable al almacenaje obtenido según el procedimiento descrito anteriormente para la obtención de comprimidos para máquinas lavavajillas mediante mezclado con otros aditivos, en especial con enzimas, peróxidos y sosa, y subsiguiente tableteado.

- Por consiguiente, se encontró un procedimiento que mejora la aptitud para compactado de polvos de ácido α -alanin-N,N-diacético y/o uno o varios derivados del mismo, y reduce simultáneamente su carácter higroscópico, bajo empleo de una sustancia auxiliar propia del procedimiento para la aplicación según determinación, para la obtención de comprimidos para máquinas lavavajillas.
30

La invención se explica más detalladamente a continuación por medio de una figura, así como de ejemplos de ejecución.

- 35 La única figura 1 muestra la representación esquemática de una prensa de cilindros 1 con dos cilindros giratorios en sentido opuesto 2, con alimentación de polvo a compactar en la forma de ejecución ejemplar representada en la figura, a través de un embudo de carga 3, bajo formación de costras, que se fraccionan en una instalación de fraccionado 4 en el tamaño deseado, y se tamizan en una instalación de tamizado 5.

Ejemplos de ejecución

- 40 En un Laborkompaktor® L200/50 de la firma Hosokawa Bepex se compactó Trilon® MX de BASF AG (ácido α -alanin-N,N-diacético) bajo obtención de costras. Las costras se fraccionaron y se tamizaron a continuación.

Adicionalmente a Trilon® MX se emplearon polietilenglicoles con diferente grado de polimerización y correspondientemente con diferente punto de fusión, y precisamente tipos de polietilenglicol de la marca Pluriol® de BASF AG con un peso molecular medio de 4000 (Pluriol® E 4000), o bien con un peso molecular medio de 6000 (Pluriol® E 6000).

- 45 El Laborkompaktor® L200/50 estaba equipado con cilindros con 6 mm de perfil fino, que se accionaron con un índice de revoluciones de 7,5 revoluciones por minuto. La presión en los cilindros, referida a la anchura de cilindro y al diámetro de cilindro, ascendía aproximadamente a 8 hasta 10 N/mm x mm.

Las costras obtenidas se fraccionaron y se tamizaron en una instalación de tamizado en tres fracciones de tamizado, una primera fracción con un tamaño de tamizado de 0,25 mm, una fracción media con un tamaño de tamizado de 0,355 a 1,25 mm, y una tercera fracción con un tamaño de tamizado de menos de 0,355 mm.

Ensayos comparativos

5 Se compactó Trilon® MX como comparación sin adición de polietilenglicol: en este caso se obtuvo un producto que condujo al pegado de los émbolos de prensado en el subsiguiente procedimiento de prensado para dar comprimidos para la obtención de tabletas para agentes de lavado.

10 En otro ensayo comparativo se compactó Trilon® MX junto con un 20 % en peso de Pluriol® E 4000 de BASF AG: en este caso, la temperatura del producto en el compactado ascendió en tal medida que sólo tras refrigeración era posible un desmenuzamiento del mismo mediante molturado.

En otro ensayo comparativo se empleó un polietilenglicol con un peso molecular medio más elevado, de 6000, y precisamente Pluriol® E 6000 de BASF AG. Se obtuvo un producto que era ciertamente apropiado para la obtención de tabletas para máquinas lavavajillas en un procedimiento subsiguiente, pero inapropiado en la aplicación final debido al peso molecular elevado.

15 En un ejemplo de ejecución según la invención se compactó Trilon® MX junto con un 7 % en peso de Pluriol® E 4000 de BASF AG, referido al peso total de Trilon® MX y Pluriol® E 4000, en el Laborkompaktor® L 200/50 descrito anteriormente. Tras fraccionamiento de las costras y tamizado en las tres fracciones de tamizado indicadas anteriormente se obtuvo un granulado con las siguientes fracciones de tamizado: fracción de tamizado con un tamaño de tamizado de 1,25 mm 20,81 %, fracción de tamizado con un tamaño de tamizado entre 0,355 mm y 1,25 mm 38,81 %, y fracción de tamizado con un tamaño de tamizado de menos de 0,355 mm 40,38 %.

20 El granulado obtenido se pudo prensar sin problema, tras mezclado con aditivos, para dar comprimidos para máquinas lavavajillas.

REIVINDICACIONES

- 1.- Procedimiento para la obtención de un producto sólido granulado y estable al almacenaje, que contiene esencialmente ácido α -alanin-N,N-diacético y/o uno o varios derivados de ácido α -alanin-N,N-diacético, partiendo de un polvo de ácido α -alanin-N,N-diacético y/o uno o varios derivados de ácido α -alanin-N,N-diacético mediante
- 5 a. compactado de polvo de ácido α -alanin-N,N-diacético y/o uno o varios derivados de ácido α -alanin-N,N-diacético en una prensa de cilindros bajo obtención de costras,
- b. ruptura de las costras y
- c. tamizado de las costras fraccionadas,
- 10 caracterizado porque el compactado se efectúa en la prensa de cilindros bajo adición de polietilenglicol con un punto de fusión mayor que 35°C, y ascendiendo la adición de polietilenglicol para el compactado en la prensa de cilindros a un 2 hasta un 15 % en peso, referido al peso total de polvo de ácido α -alanin-N,N-diacético y/o uno o varios derivados de ácido α -alanin-N,N-diacético y polietilenglicol alimentado para el compactado en la prensa de cilindros.
- 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el compactado se lleva a cabo en la prensa de cilindros bajo adición de polietilenglicol con un punto de fusión mayor que 40°C.
- 15 3.- Procedimiento según la reivindicación 1 o 2, caracterizado porque la adición de polietilenglicol para el compactado en la prensa de cilindros asciende a un 5 hasta un 15 % en peso, referido al peso total de polvo de ácido α -alanin-N,N-diacético y/o uno o varios derivados de ácido α -alanin-N,N-diacético y polietilenglicol alimentado al compactado en la prensa de cilindros.
- 20 4.- Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado porque la adición de polietilenglicol para el compactado en la prensa de cilindros asciende a un 7 % en peso, referido al peso total de polvo de ácido α -alanin-N,N-diacético y/o uno o varios derivados de ácido α -alanin-N,N-diacético y polietilenglicol alimentado al compactado en la prensa de cilindros.
- 25 5.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque el compactado en la prensa de cilindros se lleva a cabo con una presión en los cilindros, referida a la anchura de cilindros y al diámetro de cilindros, de 2 a 10 N/mm x mm.
- 6.- Empleo del producto sólido granulado y estable al almacenaje obtenido en un procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 5, que contiene esencialmente ácido α -alanin-N,N-diacético y/o uno o varios derivados de ácido α -alanin-N,N-diacético para la obtención de tabletas para máquinas lavavajillas mediante mezclado con otros aditivos y prensado para dar tabletas.

FIG.1

