

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 416 281**

51 Int. Cl.:

C11D 3/02 (2006.01)

C11D 3/08 (2006.01)

C11D 3/12 (2006.01)

C11D 3/40 (2006.01)

C11D 17/06 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **26.06.2007 E 07012496 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **27.03.2013 EP 2009086**

54 Título: **Procedimiento de coloreado de minerales no adsorbentes y producto así obtenido**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
31.07.2013

73 Titular/es:

**SOCIEDAD ANONIMA MINERA CATALANO-
ARAGONESA (SAMCA) (100.0%)
INDEPENDENCIA 21, 3º
50001 ZARAGOZA, ES**

72 Inventor/es:

**ÁLVAREZ IGLESIAS, FRANCISCO, JAVIER;
QUINTILLA BEROY, ANTONIO;
TOCA MARGUELLES, CONSTANTINO;
BANALES ALONSO, IGNACIO y
CABALLERO LÓPEZ, MIGUEL ANGEL**

74 Agente/Representante:

AZAGRA SAEZ, María Pilar

ES 2 416 281 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 de coloreado de minerales no adsorbentes y producto así obtenido

La presente memoria descriptiva se refiere, como su título indica, a un procedimiento de coloreado de minerales no adsorbentes granulados y al producto así obtenido, del tipo de los utilizados dentro del campo de productos y procesos químicos que conducen a la obtención de motas coloreadas de aplicación en la industria del detergente, caracterizado porque permite obtener gránulos coloreados, también conocidos por el término inglés "speckles", de especial aplicación como motas coloreadas presentes en los detergentes en polvo. Estos gránulos coloreados se obtienen a partir de partículas de minerales no adsorbentes de diámetro comprendido entre 300 y 2.000 µm partiendo de una base granular de ese mismo tamaño, un agente ligante y un colorante o pigmento, todo ello mediante un procedimiento característico de producción.

En la actualidad son ampliamente conocidos y utilizados industrialmente múltiples y variados tipos de productos y procesos químicos que conducen a la obtención de motas coloreadas de aplicación en la industria del detergente en polvo. Estas motas coloreadas se vienen produciendo desde los años 70, donde se encuentran las primeras referencias conocidas del estado del arte, como por ejemplo las Patentes US 3850833, US 4097418, US 4162228, mediante la introducción de pigmentos y/o colorantes en una sal inorgánica preferiblemente higroscópica. Del mismo modo, también se considera la adición de un agente ligante que permita fijar el agente colorante sobre la sal de características no adsorbentes tal y como podemos encontrar recogido en las Patentes US 3850833, EP0060728, y EP1305387. La introducción de motas coloreadas en el detergente sigue siendo un hecho en la actualidad, como se muestra en la Patente EP1627909, por lo que se planteó la realización de la presente invención.

Una de las características más relevantes requeridas a dichas motas coloreadas es su visibilidad en el lecho del detergente, para lo que el tamaño medio de grano ha de estar comprendido entre las 300 y 2000 µm. Dado que la mayoría de los procesos de obtención de sales inorgánicas anteriormente citados tienen el inconveniente de que no generan directamente este tamaño de granos, es necesario recurrir a procesos de aglomeración de partículas, principalmente mediante los conocidos como "spray dryers" o mezcladores de alta energía, tal y como se puede encontrar reivindicado en las Patentes US 4162228, US 5605883 y US 4671886. En estos procesos, se añade a la sal inorgánica, un pigmento o colorante y un agente ligante que permita fijar dicho agente colorante a la sal, además de dar consistencia y dureza al gránulo formado, pudiendo hacerse en vía seca (con una pequeña adición de agua) o en vía húmeda por evaporación flash. Estos procesos presentan el gran problema de que son caros tanto por el alto consumo de materias primas necesario como por los altos requerimientos energéticos que implican, repercutiendo enormemente en el coste final del producto y en la rentabilidad económica del proceso.

También es conocida y utilizada la posibilidad de usar como motas coloreadas otros materiales adsorbentes como bentonitas y zeolitas, tal y como se describe en la Patente US 5065883 y en la Patente Europea 935343 "*Composición detergente granular que contiene zeolita MAP*", que son capaces de fijar el agente colorante sin necesidad de ligante. Estos casos, y dada la alta superficie específica de estos materiales, presentan el gran problema de que existe un gran consumo de pigmentos, lo cual, además del encarecimiento lógico del producto, puede hacer que se depositen excesivos restos de pigmento o colorante en la ropa en el momento del lavado.

Asimismo, es conocida la utilización de forma complementaria en la fabricación de detergentes de algunas sales inorgánicas como aglomerantes, como por ejemplo sulfato sódico, mezcladas con productos tensoactivos en procesos acuosos de fabricación, tal y como se recoge, por ejemplo, en las Patentes Europeas EP 0344629 "*Adsorbente granular con un comportamiento mejorado de alimentación*", EP 0289311 "*Procedimiento para la preparación de una composición detergente granulada*", EP 0219328 "*Un procedimiento para la preparación de una composición detergente*" y EP 0882125 "*Proceso para obtener una composición detergente de baja densidad mediante aglomeración con una sal doble inorgánica*", pero presentan el inconveniente de que para conseguir colorear estas sales inorgánicas para su uso como partículas coloreadas dentro del detergente se debe seguir un método complejo y económicamente muy costoso que hace inviable su utilización rentable para la fabricación de detergente.

De la misma forma, dentro del campo de la técnica son conocidos diversos tipos de colorantes y pigmentos, tal y como los descritos en las Patentes Europeas EP 0556923 "*Pigmento de silicato mezclado con zirconio dopado, método para su preparación y productos que contienen dicho pigmento o un pigmento preparado de esta manera*" o EP 0702055 "*Pigmentos orgánicos del tipo "incorporar agitando" ("stir-in")*", pero presentan el inconveniente de no ser específicamente aplicables al coloreado de gránulos de minerales no adsorbentes.

En WO 98/16615 se presentan composiciones con partículas en coloreadas en suspensión que contienen un núcleo interno con un cuerpo coloreado distribuido en un portador de partículas en suspensión y dos recubrimientos discretos de adhesivo de dextrina soluble en agua sobre dicho núcleo interno. Las composiciones son útiles como motas en productos de limpieza, especialmente en detergentes para ropa en pastilla, con un color de fondo que contraste. Dicho documento presenta también un proceso para la preparación de dichas composiciones de partículas en suspensión.

En WO 00/27980 se presentan unas partículas del tipo speckles de composiciones de limpieza, con unos índices de brillo y de transparencia específicos, formadas por material sólido, preferentemente material cristalino

específico, que se colorean mediante la adición de un pigmento colorante y/o un abrillantador. Dicho documento WO 00/27980 hace referencia también a composiciones para limpieza que incorporan las partículas tipo speckles de la invención, en particular, composiciones para lavado de ropa y de vajilla.

5 En GB 2199338A se presenta un proceso para la producción de detergente en polvo coloreado que se obtiene mezclando a alta energía un detergente en polvo con una materia colorante en un mezclador y tratando después la mezcla resultante con un agente ligante. Para ello, las materias colorantes preferentes son ftalocianinas de níquel y cobre y Red Carmin Microsol-FBS-X. Los ligantes adecuados son soluciones acuosas de polímeros acrílicos o acrílicos/maléicos, agua sola y silicato de sodio acuoso, trifosfato de sodio o potasio o azúcar. El polvo coloreado puede utilizarse para proporcionar "speckles" a un detergente en polvo blanco.

10 Para solventar la problemática existente en la actualidad en cuanto al problema del coloreado de minerales no adsorbentes para su utilización granular en detergentes en polvo se presentan como solución inventiva el procedimiento de coloreado de minerales no adsorbentes granulados según la reivindicación 1 y un producto así obtenido según la reivindicación 28.

15 El proceso está basado en una sal no adsorbente, que es una sal inorgánica monocristalina con un tamaño de grano comprendido entre 300 y 2.000 μm , preferentemente entre 600 y 1500 μm , con carácter higroscópico para poder fijar el colorante, por lo que principalmente se trata de sales inorgánicas, como carbonato sódico, tripolifosfato sódico, cloruro sódico, sulfato sódico, entre otras.

20 El agente colorante es el encargado de proporcionar el color deseado a la sal inorgánica y se utiliza cualquier pigmento o colorante admitido en la industria del detergente o cualquiera de sus preparaciones, que ha de tener una granulometría comprendida entre 0,01 y 15 μm , preferentemente entre 0,01 y 5 μm . Como ejemplo de alguno de los más comunes podemos citar: Pigment Blue 15, Pigment Green 7, Pigment Yellow 3, Pigment Red 57, Colorante Food Yellow 3, Food Blue 5, Acid Green 1, Acid Yellow 4, entre otros.

25 El agente ligante es necesario para conseguir una película que fije el agente colorante al sustrato de sal inorgánica, al ser un material no adsorbente. Éste actúa generando una capa superficial que fija el agente colorante sobre el sustrato y que es compatible con las formulaciones del detergente. Como ejemplo de los agentes ligantes utilizables que se encuentran en la literatura, podemos citar entre otros, silicato sódico, diferentes tipos de polímeros, Carboximetilcelulosa (CMC), etc.

El procedimiento de coloreado comprende una secuencia de tres fases principales, que a su vez están divididas en diversos pasos intermedios.

- 30
- **Fase 1** - Preparación de la carga de sal inorgánica y adición de agente colorante, calentando el producto por encima de su temperatura de hidratación, para a continuación introducir el pigmento o colorante en forma de preparación.
 - **Fase 2** - Adición de agente ligante y secado posterior, realizándose en diversos pasos sucesivos para facilitar su homogeneidad y evitar incrustaciones.
 - 35 ● **Fase 3** - Enfriamiento final del producto.

40 Este procedimiento de coloreado se realiza en un mezclador industrial rotativo, del tipo de tornillo sinfín o palas mezcladoras, con una camisa o doble pared envolvente dotada de un circuito de calentamiento periférico por medio de agua, y dotado asimismo con un sistema de inyección de aire caliente en el interior. Se deben disponer de los oportunos dispositivos de control y regulación de temperatura, tanto para el agua circulante por la camisa como para el aire caliente, que posibiliten un preciso control de la temperatura de operación que evite la formación de compuestos hidratados y la aglomeración de los mismos.

45 Este procedimiento de coloreado de minerales no adsorbentes granulados y el producto así obtenido que se presenta aporta múltiples ventajas sobre los procedimientos disponibles en la actualidad, siendo la más importante que permite la utilización de un producto diferente, basado en sales inorgánicas coloreadas, al actualmente usado y un método alternativo a la producción de estas motas, con importantes ventajas técnicas, medioambientales y económicas sobre los métodos empleados en la actualidad y por tanto de producto.

Hay que destacar las enormes ventajas técnicas de este proceso, ya que es un método reproducible industrialmente y de producción estable. Por el contrario, los procesos actuales son complejos y tienen un número elevado de rechazos que han de ser reaprovechados, haciendo aún más complejo el sistema.

50 No debemos olvidar citar las enormes ventajas medioambientales de esa invención, ya que los menores costes energéticos y de materias primas repercuten en menos emisiones de gases contaminantes a la atmósfera y menores consumos de fuel, electricidad, etc.

Asimismo debemos destacar la ventaja añadida que supone que el producto obtenido sustituye ventajosamente al tripolifosfato sódico, uno de los más comunes en esta aplicación y que es uno de los responsables

de la eutrofización de las aguas en ríos y lagos y de la disminución del nivel de O₂ disuelto en el agua, contribuyendo de esta forma a la minimización del impacto contaminante de los detergentes.

Por último resaltar asimismo las innegables ventajas económicas que se obtienen al evitar altos consumos energéticos y de materias primas, siendo el coste de producción sensiblemente inferior a otros compuestos de su competencia y permitiendo por ello una rentabilidad industrial mucho mayor.

Para comprender mejor el objeto de la presente invención, en el plano anexo se ha representado una realización práctica preferencial del procedimiento de coloreado de minerales no adsorbentes granulados y el producto así obtenido. En dicho plano, la figura –1– muestra un diagrama de bloques de la secuencia del proceso de coloreado.

La figura –2- muestra un ejemplo de gráfica de la evolución de la temperatura en el interior del mezclador

La figura -3- muestra una vista simplificada de los principales elementos que debe comprender el dispositivo mezclador utilizado en la invención.

El procedimiento de coloreado de minerales no adsorbentes granulados y producto así obtenido objeto de la presente invención, como puede apreciarse en el plano anexo, consta de una secuencia de fases (1,2,3) característica en la que se combinan de la forma apropiada un mineral no adsorbente (4) o sustrato, con un agente colorante (9) y un agente ligante (11).

Se parte de un mineral no adsorbente (4), preferiblemente una sal inorgánica monocristalina con un tamaño de grano comprendido entre 300 y 2.000 µm, preferentemente entre 600 y 1500 µm, por lo que no es necesario realizar un proceso de aglomeración del mismo para conseguir el tamaño objetivo, y, dada la naturaleza monocristalina del producto obtenido, presenta la suficiente dureza como para soportar el efecto de fricción durante la mezcla con el resto de componentes. Debe tener carácter higroscópico para poder fijar el colorante (9), por lo que principalmente se puede utilizar carbonato sódico, tripolisulfato sódico, cloruro sódico, sulfato sódico, entre otras.

El agente colorante (9) es el encargado de proporcionar el color deseado al mineral no adsorbente (4) y se utiliza para ello cualquier pigmento o colorante admitido en la industria del detergente o cualquiera de sus preparaciones, que ha de tener una granulometría comprendida entre 0,01 y 15 µm, preferentemente entre 0,01 y 5 µm, manteniendo de este modo su visibilidad, facilitando la homogeneidad del color en el posterior proceso y evitando manchas en el producto por un tamaño mayor. Como ejemplo de alguno de los más comunes que se pueden utilizar en este proceso podemos citar: Pigment Blue 15, Pigment Green 7, Pigment Yellow 3, Pigment Red 57, Colorante Food Yellow 3, Food Blue 5, Acid Green 1, Acid Yellow 4, entre otros.

El agente ligante (11) es necesario para conseguir una película que fije el agente colorante (9) al sustrato de sal inorgánica (4). Por otro lado, al ser materiales no adsorbentes, se ha de conseguir fijar el pigmento o colorante en el grano. El agente ligante (11) actúa generando una capa superficial que fija el agente colorante (9) sobre el sustrato de sal inorgánica (4), permitiendo a la vez que sea compatible con las formulaciones del detergente. Como ejemplo de los agentes ligantes (11) utilizables en este proceso podemos citar entre otros, silicato sódico, diferentes tipos de polímeros, Carboximetilcelulosa (CMC), etc., preferentemente el silicato sódico soluble dada su facilidad para formar capas vítreas con las anteriores características al perder su agua de dilución por secado.

El procedimiento de coloreado característico de la invención comprende una secuencia de tres fases principales, que a su vez están divididas en diversos pasos intermedios.

- **Fase 1 (1)-** Preparación de la carga (5) de sal inorgánica (4) y adición de agente colorante (9), calentando el producto por encima de su temperatura de hidratación, para a continuación introducir el pigmento o colorante (9) en forma de preparación.
- **Fase 2 (2)-** Adición (10) de agente ligante (11) y secado posterior (12), realizándose en diversos pasos sucesivos (13) para facilitar su homogeneidad y evitar incrustaciones.
- **Fase 3 (3) -** Enfriamiento final del producto (16)

Pasemos a describir detalladamente las distintas fases y pasos intermedios que comprenden el proceso:

- Fase 1 (1)

Se comienza con un primer paso de carga (5) en el mezclador (17) del mineral no adsorbente (4), donde se realiza el paso de calentamiento del producto (6) por encima de su temperatura de hidratación, si la tuviera. Para ello se realiza simultáneamente un calentamiento de la camisa (18) por encima de esa temperatura y se introduce aire caliente en el interior del mezclador (17).

Una vez que se llega a esa temperatura se continúa con un paso de bajada de la temperatura (7) de la camisa (18) por debajo de la temperatura del producto, procediendo a continuación al paso de introducción (8) del agente colorante (9) en forma de preparación.

5 Es importante que la camisa (18) esté por debajo de la temperatura del producto para evitar incrustaciones. Esto se puede conseguir de dos formas: manteniéndola constante justo por encima de la temperatura de hidratación o bien manteniendo una diferencia constante con la temperatura del producto.

10 El agente colorante (9) se adicionará en forma de suspensión con agua y, si es necesario, con algún tipo de dispersante. La concentración de agente colorante (9) en la preparación estará comprendida preferentemente entre un 15 %, para evitar utilizar mucha agua que habrá que evaporar posteriormente, y un 60 %, para posibilitar una buena mezcla y un contacto íntimo entre el sustrato (4) y el agente colorante (9), dado que el medio que los pone en contacto y permite su unión es el agua, si bien son fijados por el agente ligante (11) en el posterior proceso de secado.

Ha de realizarse de forma que permita una buena mezcla. Así, la adición sobre la masa se realizará con el suficiente tiempo de mezcla, preferentemente comprendido entre 10 segundos y 5 minutos, dependiendo de la capacidad de mezclado del equipo.

15 La proporción a utilizar de agente colorante (9) con relación al mineral no adsorbente (4) varía entre un 0,001 % y un 10 %, preferentemente entre 0,01% y 1%.

La entrada de agente colorante (9) se ha de realizar preferentemente a través de boquillas spray o ducha, para facilitar la mezcla.

- Fase 2 (2)

20 En esta fase, se realiza el paso de la adición (10) del agente ligante (11) en una pluralidad de veces (13) para facilitar su homogeneidad y evitar incrustaciones. A continuación se realiza un paso de secado (12) introduciendo aire caliente en el interior del mezclador (17) para secar después de cada paso de adición (10) de agente ligante (11).

25 La forma de introducir este aire caliente, su caudal y su temperatura incidirán en un menor tiempo de lote y, por tanto, una mayor capacidad de producción, redundando en unos menores costes operativos. La temperatura de aire de secado debe de estar preferentemente entre 100 y 300° C, dependiendo de las características físicas del sustrato (4), agentes colorantes (9) y agente ligante (11) elegidos.

30 El caudal de aire caliente a introducir debe ser tal que sea suficiente para secar y mantener esponjado el lecho si fuera necesario, pero evitando que se produzcan elutriados (arrastres de producto sólido con el aire). Dado que se trata de granulometrías elevadas, la generación de éstos no es importante y se solventa instalando un filtro de mangas o un lavador de gases a la salida de los aires de escape.

En la curva de temperatura del ejemplo representado en la Figura 2, el número de veces (13) que se repite el ciclo de pasos de adición (10) y secado posterior (12) es de 5 a modo de ejemplo, optimizando el proceso dependiendo del tipo de mezclador y producto.

35 En esta curva de temperatura de la Figura 2 podemos observar como, en cada paso de adición (10) del agente ligante (11) se produce un descenso en la temperatura, al mezclar el sustrato (4) coloreado con el agente ligante (11) a menor temperatura. Conforme se va evaporando el agua del agente ligante (11) se produce un incremento de temperatura. Una vez se ha secado de agente ligante (11), es el momento de proceder a la siguiente adición (10). El momento de realizar esa siguiente adición (10) depende del equipo utilizado, pero coincide siempre en todos los casos con un cambio de pendiente, es decir, ya no se sigue evaporando agua, por lo que el sólido sube de temperatura mucho más bruscamente. Así, las temperaturas de adición (10) dependen del equipo, del número (13) de adiciones que se pretendan, de la carga de sustrato (4), de la temperatura de la camisa (18) de refrigeración y de las características del aire de secado. Preferentemente, el incremento de temperaturas entre adiciones (10) ha de estar comprendido entre 2 y 10° C. De este modo se conseguirá un producto seco, preferiblemente con una humedad menor al 5 % en peso.

45 La forma de adición (10) del agente ligante (11) ha de potenciar que se reparta uniformemente por todo el producto sin generar ningún tipo de aglomerado (o bien de producto o bien de residuo seco del propio agente ligante) y evitando la generación de incrustaciones. Así, la adición se realiza en varios pasos emulando un proceso continuo de adición (10) y secado (12). Es decir, se realiza una adición (10) y se espera a que el producto esté lo suficientemente seco como para realizar la siguiente.

El número de adiciones (13) simula un proceso continuo de adición y depende del porcentaje de agente ligante (11) necesario para cada tamaño de grano y sustrato (4).

El porcentaje de adición de agente ligante (11) puede variar entre un 2 % y un 10 %, siendo el número de adiciones necesarias para cumplir con el primer epígrafe un total de entre 1 e infinitas (exactamente lo que

sería un proceso continuo de adición). Preferentemente un número adecuado de adiciones está comprendido entre 2 y 10. Por debajo de ese valor se corre el riesgo de generar demasiadas incrustaciones y aglomerados y por encima del mismo se perjudica energéticamente el proceso.

5 Cada una de las diferentes adiciones (10) ha de realizarse de forma que permita una buena mezcla. Así, la adición sobre la masa se realizará con el suficiente tiempo de mezcla, preferentemente comprendido entre 10 segundos y 5 minutos, dependiendo de la capacidad de mezclado del equipo.

La entrada de agente ligante (11) se ha de realizar preferentemente a través de boquillas spray o ducha, para facilitar la mezcla.

10 Está previsto que en una realización alternativa, el agente ligante (11) se añada de forma continua durante todo el proceso de secado (12).

- Fase 3 (3)

15 Una vez llegados a la temperatura final se debe proceder a un proceso de enfriado del producto final (16), ya que el carácter higroscópico de las sales inorgánicas (4) que se están tratando provocaría en caso contrario efectos de condensación durante el almacenaje. Una temperatura adecuada para finalizar el proceso y dar el producto como terminado (y frío) rondaría los 30-60° C.

El proceso de enfriamiento se realiza mediante un paso de introducción de aire frío (14) y otro paso simultáneo de introducción de agua fría (15) en la camisa (18). Con frío se entiende a una temperatura que esté alrededor de la temperatura ambiente.

20 En cada una de las fases del procedimiento (1,2,3) se puede variar la velocidad de giro del elemento mezclador (17), mediante el control de su motor de giro (20), para mejorar en cada una de ellas. Estas revoluciones no deberán ser excesivas para evitar una agitación demasiado violenta de los gránulos que provoque su ruptura y generación de finos. A título orientativo y sin ser limitativo de su alcance, se pueden indicar los siguientes valores preferentes para cada una de las anteriores etapas en un mezclador (18) horizontal:

- Fase 1 (1) - Altas revoluciones para mejorar la mezcla.
- 25 ● Fase 2 (2) – Adición (10) de agente ligante (11): Altas revoluciones para mejorar la mezcla.
- Fase 2 (2) – Pasos de secado (12): Optimizar entre bajas y altas revoluciones para evitar romper los gránulos y conseguir un buen efecto de mezcla entre el aire de secado y el sólido.
- Fase 3 (3) - Bajas revoluciones para evitar romper los gránulos y favorecer el proceso de enfriamiento.

30 Así, las revoluciones de proceso oscilarán entre 1 y 150 rpm en el elemento mezclador, dependiendo del tipo de producto, equipo y proceso. La elección de unas revoluciones u otras incidirá directamente sobre el tiempo de proceso y, por tanto, en la capacidad de producción, pero sin embargo, el efecto en la calidad del producto no será excesivamente grande.

El mezclador (17) utilizable para esta invención puede ser cualquiera de los utilizados industrialmente, preferentemente del tipo horizontal con palas planas, y que disponga de los siguientes elementos constitutivos:

- 35 ● Camisa (18) externa o doble pared aislada.
- Cámara interior de mezclado (19) con las palas de mezclado (34) asociadas a un mecanismo motor (20) externo.
- 40 ● Salida de gases de escape (21). Este flujo puede o debe ir a un sistema de recogida de elutriados, del tipo de filtro de mangas o lavador de gases. Si se elige bien el caudal de aire y la potencia de mezcla, la cantidad de producto que se arrastra ha de ser mínima. En caso contrario, el producto arrastrado es reutilizable, por ejemplo, metiéndolo de nuevo al sistema o mezclándolo con el producto final.
- Entrada (22) de agente colorante (9) y agente ligante (11), preferentemente a través de boquillas spray.
- Entrada de sustrato (23). Carga de cada lote de sal inorgánica (4).
- 45 ● Descarga (24) de producto final (16)
- Entrada de agua (25) a la camisa (18) del mezclador (17). Con control de temperatura (28), que actúa sobre las entradas de agua caliente (26) y agua fría (27).
- Entrada de agua caliente (26)

- Entrada de agua fría (27)
- Salida de agua (29) de la camisa (18) del mezclador (17).
- Entrada de aire (30) a la cámara interior de mezclado (19).
- Dispositivo de calentamiento del aire (32). Con control de temperatura regulable sobre el caudal de aire para conseguir la temperatura de secado adecuada. Puede ser a través de vapor, calentamiento directo por combustión, resistencias eléctricas, aprovechamiento de gases residuales, etc.
- Entrada de aire frío (31)
- Salida de aire (33)

5

Este equipo a utilizar debe cumplir asimismo los siguientes requerimientos:

10

- Buena capacidad de mezcla para que todas las motas presenten la misma tonalidad y la misma cantidad de agente ligante.
- Docilidad con el producto para evitar que se rompan sus gránulos durante el proceso de mezcla.
- Evitar que el producto se aglomere.
- Capacidad de secado para obtener un producto con menos de un 5 % de humedad preferiblemente.

15

- Refrigeración externa a través de una camisa

El proceso de coloreado objeto de la invención ha de cumplir asimismo una serie de requerimientos:

El proceso puede ser continuo o discontinuo (lotes), si bien se elige un proceso por lotes para facilitar los cambios de color en un mismo equipo.

20

En el proceso no se han de formar compuestos hidratados para evitar la aglomeración de los mismos, por tanto para cada producto se ha de fijar una temperatura de operación.

25

Se han de evitar puntos calientes en las paredes de los equipos para evitar que el agente ligante (11) se seque sobre la misma provocando incrustaciones. Dado que la pared va a estar más fría que el producto que se pretende secar, se ha de optimizar la relación volumen/superficie (V/S) de la camisa (18) para evitar pérdidas energéticas e incrustaciones de producto. Esta relación volumen/superficie ha de optimizar del mismo modo la superficie de contacto del aire de secado con el producto y por tanto aumentando la capacidad de producción para un volumen determinado. Dicha relación será diferente según el tipo de mezclador (17).

30

Hay dos formas de mantener la pared más fría que el producto. O bien manteniendo una temperatura constante en la camisa (18) o manteniendo la camisa (18) ligeramente más fría que el producto (1-5 °C). En ambos casos siempre por encima de la temperatura de hidratación para comenzar con las adiciones de agente colorante (9) o ligante (11). En el primer caso, se produce una pérdida energética en el secado y en el segundo se producen más incrustaciones en el cuerpo del equipo donde no está el lecho de producto. Dependerá del tipo de mezclador (17) la elección de una forma de trabajar u otra.

35

El volumen de producto ha de ser tal que evite la formación de incrustaciones ya que, por abrasión, en el propio lecho del producto no se producen. Así, se ha de producir una ocupación de volumen tal que permita la mezcla y minimice las incrustaciones. En la mayoría de los equipos este porcentaje oscila entre el 50 y el 100 % del volumen total del equipo, lo cual permite el movimiento de mezcla.

40

Es importante indicar que la forma de adición del agente colorante (9) y del ligante (11) es indistinta, tanto en forma como en orden, si bien se prefiere añadir en primer lugar el agente colorante (9) y luego el agente ligante (11).

Finalmente, la presente invención se ilustra con el siguiente ejemplo comparativo, que no pretende en absoluto ser restrictivo de su alcance.

Se realiza un lote de producción de motas coloreadas de diversos colores a partir de sulfato sódico granular con temperatura constante de camisa con las siguientes características de mezclador y proceso:

Características del sustrato

Característica	Valor
<i>Compuesto</i>	Sulfato Sódico Granular
<i>Tamaño medio</i>	900 μ m
<i>Densidad aparente</i>	1,6 Kg./l
<i>Humedad inicial</i>	0,03 %

Características del agente ligante

Característica	Valor
<i>Compuesto</i>	Silicato Sódico Soluble
<i>Porcentaje de adición total sobre el sustrato (en N adiciones)</i>	5 %

5 *Características de los diferentes agentes colorantes*

Característica	Valor
<i>Agente Colorante₁ (Verde)</i>	Pigment Green 7 (35 %)
<i>Agente Colorante₂ (Azul)</i>	Pigment Blue 15 (35 %)
<i>Agente Colorante₃ (Naranja)</i>	Food Yellow 3 (35 %)
<i>Porcentaje de adición de la preparación</i>	0,20 %

Características del mezclador

Característica	Valor
<i>Tipo de mezclador</i>	Horizontal con palas planas
<i>Volumen de mezclador</i>	3.000 litros
<i>Relación V/S</i>	0,26 m ³ /m ²

Características de proceso

Característica	Valor
<i>Carga de sustrato</i>	3.000 Kg. (70 %)
<i>rpm adición agente colorante</i>	80
<i>rpm adición agente ligante</i>	80
<i>rpm de secado</i>	60
<i>rpm de enfriado</i>	30
<i>Número adiciones de agente ligante (N)</i>	4
<i>Temperaturas de adición de ligante (L)</i>	L ₁ = 45° C / L ₂ = 51° C

ES 2 416 281 T3

	$L_3 = 57^\circ \text{ C} / L_4 = 65^\circ \text{ C}$
<i>Temperatura de descarga</i>	50° C
<i>Temperatura de aire de secado</i>	190° C
<i>Caudal de aire de secado</i>	3500 m ³ /h (190° C)
<i>Temperatura de camisa durante el secado</i>	Constante a 35° C
<i>Caudal de agua a la camisa</i>	30 m ³ /h
<i>Tiempo Total de Proceso</i>	64 minutos

Este mismo ejemplo, realizado del mismo modo, pero manteniendo constante la diferencia entre temperatura de camisa y temperatura de producto nos da un tiempo de proceso de 58 minutos, si bien genera más incrustaciones en el equipo.

- 5 A continuación se dan los resultados de los productos obtenidos (tres colores). Indicar que se utiliza para la medición del color la escala CIE L*a*b* e iluminante C medido con un colorímetro comercial.

Resultados obtenidos para los diferentes colores del ejemplo

Sulfato Sódico Verde		Sulfato Sódico Azul		Sulfato Sódico Naranja	
<i>L</i>	50	<i>L</i>	40	<i>L</i>	45
<i>a</i>	-25	<i>a</i>	5	<i>a</i>	53
<i>b</i>	-8	<i>b</i>	-34	<i>b</i>	40
<i>Humedad</i>	0,11 %	<i>Humedad</i>	0,12 %	<i>Humedad</i>	0,10 %

- 10 El sulfato así obtenido, tiene una pureza del 97,4 % en sulfato sódico, más alto que los métodos actualmente utilizados ya que, como se dijo, el gasto en materias primas es menor. El resto de propiedades (granulometría, densidad, etc.) se mantienen muy similares al producto de partida, ya que no se ha producido prácticamente rotura de grano.

También se observa de la tabla de resultados cómo, fijando las características de proceso, se consigue un método totalmente reproducible, obteniendo un producto de características constantes.

15

REIVINDICACIONES

- 5 1 – Procedimiento de coloreado de minerales no adsorbentes granulados caracterizado por proporcionar una sal inorgánica monocristalina con un tamaño de grano entre 300 y 2000 µm como mineral no adsorbente (4) y combinarla de manera apropiada con un agente colorante (9) y un agente ligante (11), comprendiendo el procedimiento las siguientes fases:
- a) - Fase 1 (1). Carga de mineral no adsorbente (4) en un mezclador (17) y adición de agente colorante (9).
- b) - Fase 2 (2). Adición de agente ligante (11) y posterior secado, llevado a cabo en varios pasos subsiguientes posteriores a fin de facilitar la homogeneidad y evitar incrustaciones.
- 10 c) - Fase 3 (3). Enfriamiento final del producto.
- 2 - Procedimiento de coloreado de minerales no adsorbentes granulados, según la reivindicación 1, caracterizado porque la Fase 1 (1) comprende los siguientes pasos:
- a) - carga (5) en el mezclador (17) del mineral no adsorbente (4),
- b) - calentamiento del producto (6) por encima de su temperatura de hidratación,
- 15 c) - bajada de la temperatura (7) de la camisa (18) del mezclador (17) por debajo de la temperatura del producto,
- d) - introducción (8) del agente colorante (9) en forma de preparación.
- 3 - Procedimiento de coloreado de minerales no adsorbentes granulados, según la reivindicación 2, caracterizado porque el paso de calentamiento del producto (6) por encima de su temperatura de hidratación se realiza simultáneamente mediante un calentamiento de la camisa (18) por encima de esa temperatura y mediante la introducción de aire caliente en el interior del mezclador (17).
- 20 4 - Procedimiento de coloreado de minerales no adsorbentes granulados, según la reivindicación 2, caracterizado porque el agente colorante (9) se adiciona en forma de suspensión con agua y, si es necesario, con algún tipo de dispersante, siendo la concentración de agente colorante (9) en la preparación preferentemente de un 15 % a un 60 % y con una granulometría comprendida entre 0,01 y 5 µm.
- 25 5 - Procedimiento de coloreado de minerales no adsorbentes granulados, según la reivindicación 1, caracterizado porque la proporción en peso de agente colorante (9) con relación al mineral no adsorbente (4) está comprendida entre un 0,001 % y un 10 %.
- 30 6 - Procedimiento de coloreado de minerales no adsorbentes granulados, según la reivindicación 5, caracterizado porque la proporción en peso de agente colorante (9) con relación al mineral no adsorbente (4) está comprendida entre un 0,01% y un 1%.
- 7 - Procedimiento de coloreado de minerales no adsorbentes granulados, según la reivindicación 1, caracterizado porque la Fase 2 (2) comprende los siguientes pasos:
- a) - adición (10) del agente ligante (11),
- 35 b) - secado (12) introduciendo aire caliente en el interior del mezclador (17),
- realizándose este ciclo de adición (10) seguido de secado (12) una pluralidad de veces (13) para facilitar su homogeneidad y evitar incrustaciones.
- 8 - Procedimiento de coloreado de minerales no adsorbentes granulados, según la reivindicación 1, caracterizado porque el porcentaje de adición de agente ligante (11) está comprendido entre un 2 % y un 10 % con respecto al mineral no adsorbente (4).
- 40 9 - Procedimiento de coloreado de minerales no adsorbentes granulados, según la reivindicación 7, caracterizado porque el número de veces (13) que se realiza en la Fase 2 (2) el ciclo de adición (10) seguido de secado (12) está comprendido entre 2 y 10.
- 45 10 - Procedimiento de coloreado de minerales no adsorbentes granulados, según la reivindicación 7, caracterizado porque el secado (12) se realiza con aire a una temperatura comprendida entre 100° C y 300° C.
- 11 - Procedimiento de coloreado de minerales no adsorbentes granulados, según la reivindicación 7, caracterizado porque cada adición (10) de agente ligante (11) deberá estar separada de la siguiente por un incremento de temperatura de producto de entre 2 y 10° C para asegurar un secado correcto y una humedad final adecuada.

- 12 - Procedimiento de coloreado de minerales no adsorbentes granulados, según la reivindicación 1, caracterizado porque el agente ligante (11) utilizado es silicato sódico soluble.
- 5 13 - Procedimiento de coloreado de minerales no adsorbentes granulados, según la reivindicación 12, caracterizado porque la cantidad de silicato sódico que se añade se encuentra comprendida entre un 2 y un 10 % en peso respecto al mineral no adsorbente (4).
- 14 - Procedimiento de coloreado de minerales no adsorbentes granulados, según la reivindicación 12, caracterizado porque la forma de añadir el silicato sódico es de forma continua durante todo el proceso de secado (12).
- 15 - Procedimiento de coloreado de minerales no adsorbentes granulados, según la reivindicación 1, caracterizado porque la Fase 3 (3) comprende los siguientes pasos:
- 10 a) - introducción de aire frío (14) en el mezclador (17) y
- b) - introducción de agua fría (15) en la camisa (18) para realizar el enfriado del producto final (16)
- 16 - Procedimiento de coloreado de minerales no adsorbentes granulados, según la reivindicación 15, caracterizado porque la introducción de aire frío (14) en el mezclador (17) se realiza con una temperatura comprendida entre 10 y 60° C.
- 15 17 - Procedimiento de coloreado de minerales no adsorbentes granulados, según la reivindicación 15, caracterizado porque la introducción de agua fría (15) en la camisa (18) se realiza con una temperatura comprendida de entre 5 y 35° C.
- 20 18 - Procedimiento de coloreado de minerales no adsorbentes granulados, según la reivindicación 1, caracterizado porque el proceso se puede realizar en continuo o discontinuo, siendo preferible la mezcla por lotes discontinuos.
- 19 - Procedimiento de coloreado de minerales no adsorbentes granulados, según la reivindicación 1, caracterizado porque el mezclador (17) que se utiliza tiene capacidad de secado y camisa (18) exterior para permitir su enfriamiento.
- 25 20 - Procedimiento de coloreado de minerales no adsorbentes granulados, según las reivindicación 19, caracterizado porque el mezclador (17) utilizado tiene una relación de volumen / superficie comprendida entre 0,15 y 0,40, dependiendo de la capacidad de producción requerida.
- 21 - Procedimiento de coloreado de minerales no adsorbentes granulados, según la reivindicación 20, caracterizado porque el mezclador (17) utilizado tiene una relación de volumen / superficie comprendida entre 0,25 y 0,30.
- 30 22 - Procedimiento de coloreado de minerales no adsorbentes granulados, según la reivindicación 19, caracterizado porque el volumen total que ocupa el producto dentro del mezclador (17) está comprendido entre el 50% y el 100 %.
- 35 23 - Procedimiento de coloreado de minerales no adsorbentes granulados, según la reivindicación 22, caracterizado porque el volumen total que ocupa el producto dentro del mezclador (17) está comprendido entre el 70% y el 80 %
- 24 - Procedimiento de coloreado de minerales no adsorbentes granulados, según la reivindicación 19, caracterizado porque la camisa (18) del mezclador (17) ha de estar a menor temperatura que el producto para evitar incrustaciones.
- 40 25 - Procedimiento de coloreado de minerales no adsorbentes granulados, según la reivindicación 24, caracterizado porque la temperatura de camisa (18) se mantiene fija.
- 26 - Procedimiento de coloreado de minerales no adsorbentes granulados, según la reivindicación 24, caracterizado porque la temperatura de camisa (18) es entre 1 y 10 ° C inferior a la del producto.
- 45 27 - Procedimiento de coloreado de minerales no adsorbentes granulados, según la reivindicación 1, caracterizado porque cada una de las fases (1,2,3) se realiza a diferentes revoluciones de mezclado, utilizándose altas revoluciones en la Fase 1 (1) para favorecer la mezcla, altas revoluciones en la Fase 2 (2) durante la adición (12) de agente ligante (11) para favorecer la mezcla, revoluciones medias en la Fase 2 (2) durante el secado (12) para evitar romper gránulos y favorecer la mezcla entre el producto y el aire de secado, y bajas revoluciones en la Fase 3 (3) para favorecer el proceso de enfriamiento.
- 50 28 - Producto coloreado obtenido a partir de minerales no adsorbentes (4) según el procedimiento descrito en cualquiera de las anteriores reivindicaciones.

ES 2 416 281 T3

29 - Producto coloreado según la reivindicación 28, caracterizado porque se parte como materias primas de un mineral no adsorbente (4) de granulometría comprendida entre 300 y 2.000 μm , un agente colorante (9) y un agente ligante (11), obteniendo un producto final (16) con una humedad final inferior al 5 %.

5 30 - Producto coloreado según la reivindicación 29, caracterizado porque el mineral no adsorbente (4) es una sal inorgánica que es sulfato sódico.

31 - Producto coloreado según la reivindicación 28, caracterizado porque el mineral no adsorbente (4) tiene una granulometría comprendida entre 600 y 1.500 μm .

32 - Uso del producto coloreado de la reivindicación 28 en la industria del detergente como motas coloreadas o "speckles".

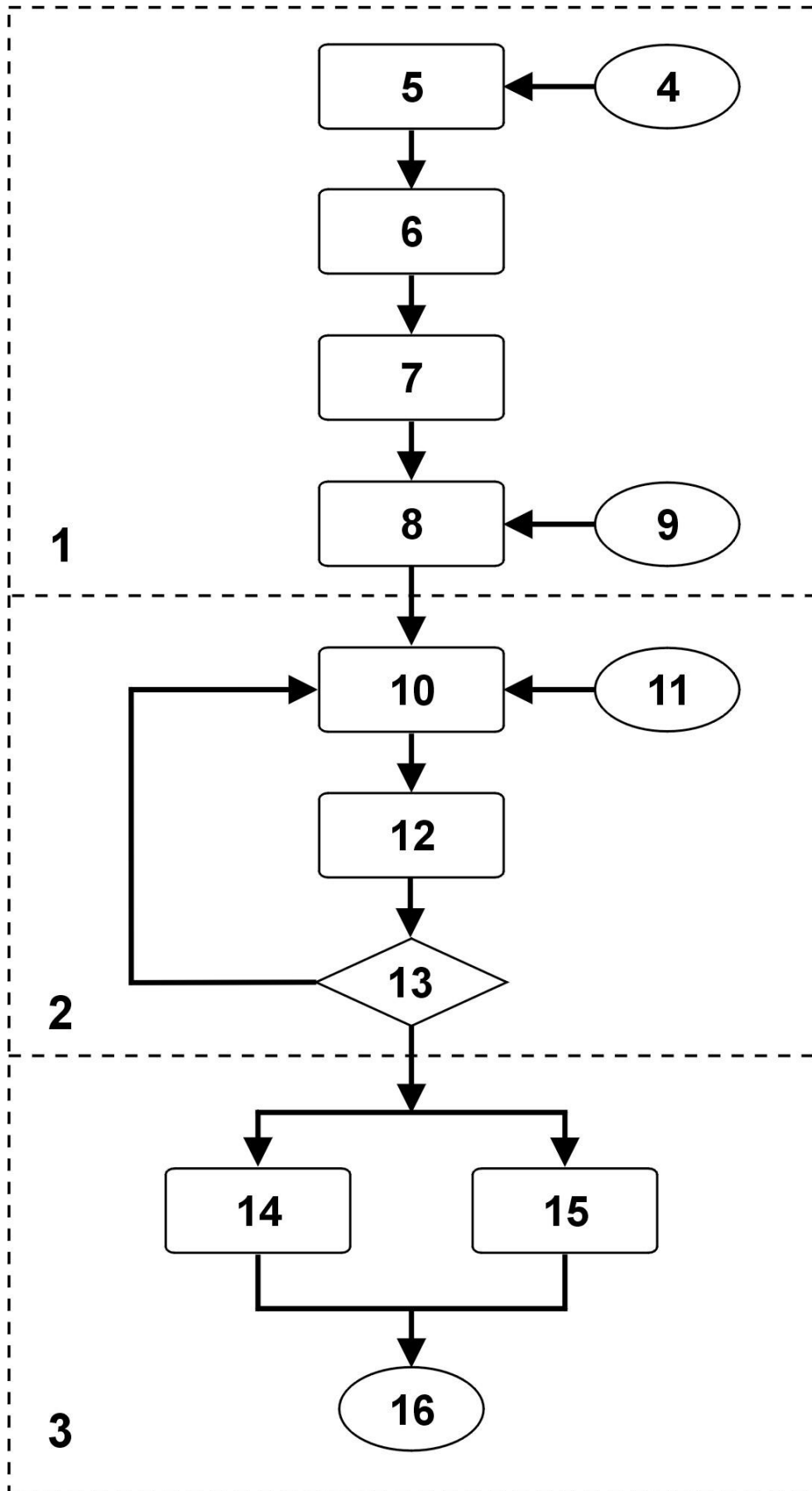


Fig. 1

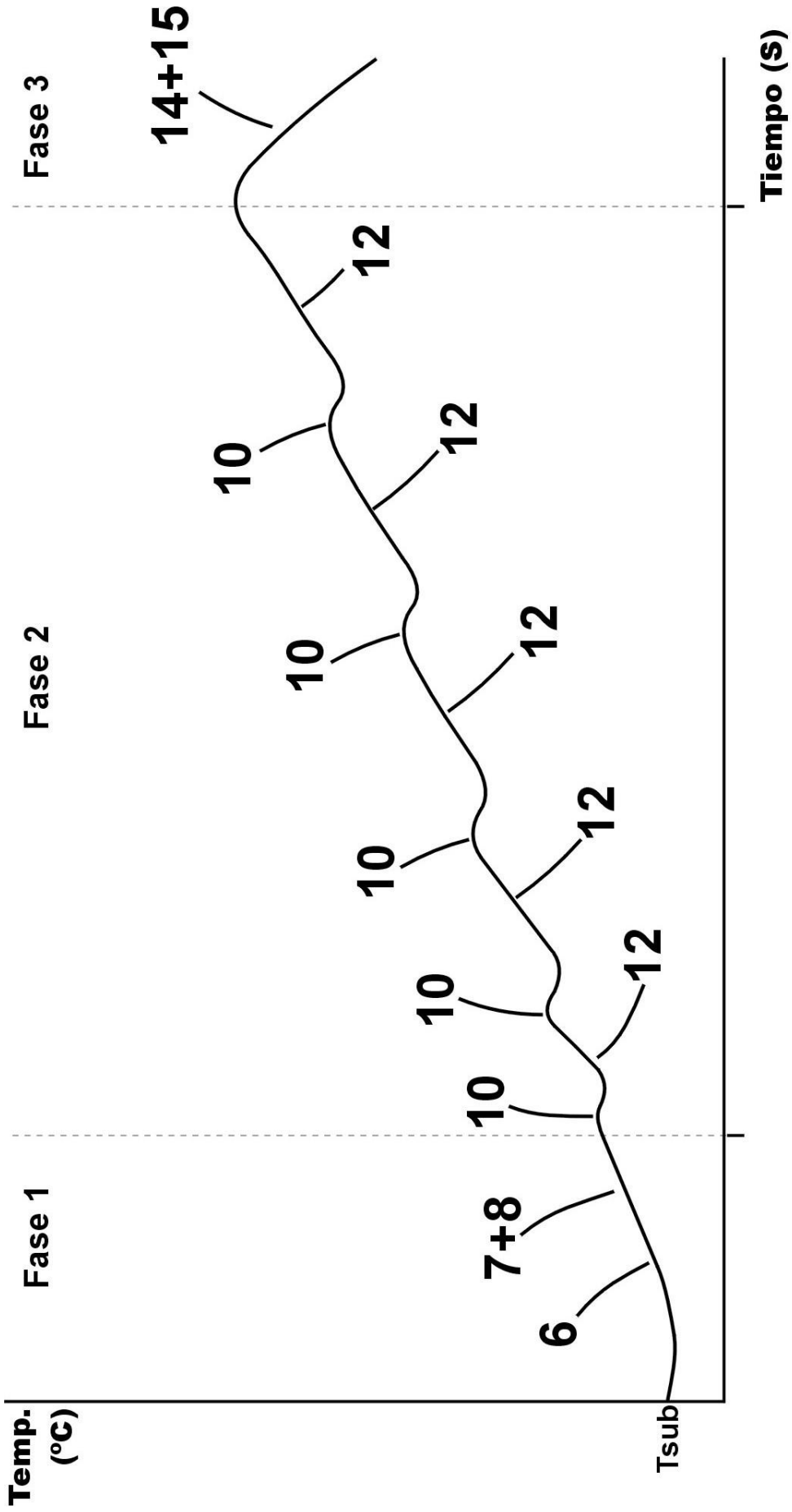


Fig. 2

