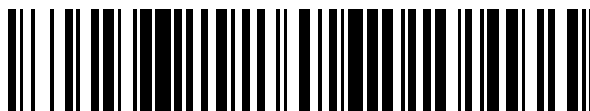


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 440 269**

51 Int. Cl.:

C11D 3/10 (2006.01)

C11D 3/12 (2006.01)

C11D 11/00 (2006.01)

C11D 7/00 (2006.01)

C11D 17/00 (2006.01)

C11D 3/08 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **07.10.2008 E 08842723 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **20.11.2013 EP 2207871**

54 Título: **Combinados (compounds) de detergentes o de productos de limpieza y su fabricación**

30 Prioridad:

24.10.2007 DE 102007051093

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

28.01.2014

73 Titular/es:

**HENKEL AG & CO. KGAA (100.0%)
HENKELSTRASSE 67
40589 DÜSSELDORF, DE**

72 Inventor/es:

**ASSMANN, GEORG;
BLOCHWITZ, OLAF JOACHIM;
BLASEY, GERHARD;
BURG, BIRGIT;
WELLING, HERMANN-JOSEF y
PEGELOW, ULRICH**

74 Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

ES 2 440 269 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

Combinados (compounds) de detergentes o de productos de limpieza y su fabricación

5 La presente invención se refiere a un procedimiento de granulación para la fabricación de un combinado (compound) de detergente o producto de limpieza dividido en partículas en un granulador de lecho fluidizado, un combinado (compound) de detergente o producto de limpieza, que consta de un núcleo y por lo menos dos envolturas, así como un detergente o producto de limpieza, que contiene dicho combinado (compound) de detergente o producto de limpieza. El combinado (compound) de detergente o producto de limpieza contiene por lo menos una sustancia
10 activa y un material soporte elegido entre el grupo de los silicatos de aluminio amorfos, arcillas, ácidos silícicos, silicatos de metales alcalinotérreos y carbonatos de metales alcalinotérreos.

Los detergentes o productos de limpieza modernos, pulverulentos o granulados contienen un gran número de
15 ingredientes detergentes o limpiadores activos, también llamados sustancias activas, que están presentes sustancialmente en forma sólida, pastosa o incluso líquida. En los procedimientos de fabricación de estos detergentes o productos de limpieza granulados se plantea en especial el problema de formular (confeccionar) los ingredientes líquidos y pastosos junto con los ingredientes sólidos del producto de modo que los ingredientes líquidos y pastosos no migren (no sangren) durante el almacenado, el transporte ni la utilización que el consumidor haga del producto y no se generen aglomerados dentro del producto dividido en partículas ni taponamientos
20 (suciedades) ni pegado del producto dividido en partículas a los auxiliares de dosificación empleados por el consumidor, a las paredes interiores del envase ni tampoco a las máquinas de envasado de la fábrica.

Durante la fabricación de los detergentes o productos de limpieza surge a menudo el problema adicional de que
25 tienen que incorporarse por mezclado ingredientes que intervienen solamente en un porcentaje bajo dentro del producto final. Si los "ingredientes minoritarios" divididos en partículas se añaden por mezclado al detergente o producto de limpieza en forma de sustancias puras, entonces surge el problema de la separación (segregación) de la mezcla. Si los ingredientes minoritarios que se van a incorporar son además líquidos o pastosos en la temperatura de la transformación, entonces se observa como problema adicional la distribución irregular de los ingredientes minoritarios líquidos o pastosos sobre los sólidos, debido a las proporciones ponderales desfavorables existentes
30 entre el ingrediente minoritario líquido o pastoso y el sólido, dicho problema se traduce en una reparto insuficiente del ingrediente minoritario en el detergente o producto de limpieza, cuya consecuencia es que la potencia detergente y limpiadora del producto no es constante. Además, la pulverización/nebulización de los ingredientes líquidos o pastosos del detergente o producto de limpieza puede conducir a sobresaturaciones en algunas partes del producto, que provocarían el pegado y el aglomerado de dicho producto. Estos implicarían inevitablemente el empeoramiento de la solubilidad, del comportamiento de fluidez (resbalamiento de partículas sólidas sobre partículas sólidas), de la
35 impresión óptica o a su vez del reparto de los ingredientes individuales del detergente o producto de limpieza dentro del producto. En el peor de los casos aparecen todos los inconvenientes mencionados a la vez.

Una posibilidad de evitar los problemas mencionados consiste en formular los ingredientes líquidos o pastosos
40 generando un combinado (compound) de detergente o producto de limpieza dividido en partículas y después mezclarlo con los demás ingredientes del detergente o producto de limpieza. Estos combinados (compounds) de detergente o producto de limpieza contienen a menudo un sólido, sobre el que se aplica una formulación líquida o pastosa que incluye o contiene el ingrediente en cuestión. El producto intermedio resultante, por lo general pegajoso, se dota seguidamente de un recubrimiento de material antiadhesivo en polvo, cuya finalidad es mejorar la fluidez del
45 combinado (compound) de detergente o producto de limpieza. A pesar de utilizar los agentes antiadhesivos en polvo, el posible contenido de ingredientes líquidos o pastos en el detergente o producto de limpieza o el contenido de aquellos ingredientes del detergente o producto de limpieza, que normalmente se incorporan en forma de solución o de dispersión y por tanto también en forma líquida o pastosa al combinado (compound) de detergente o producto de limpieza, será pequeño o bien, si se eleva la cantidad de estos ingredientes, el combinado (compound) de detergente o producto de limpieza presentará propiedades físicas malas, por ejemplo una gran pegajosidad y
50 debido a ella una mala fluidez y una gran tendencia al sangrado (migración).

El objetivo de la presente invención es, pues, evitar algunos, a ser posible todos los inconvenientes antes citados y en especial proporcionar un combinado (compound) de detergente o producto de limpieza que contenga cantidades
55 elevadas de sustancia activa y al mismo tiempo posea buenas propiedades físicas.

Con de la presente invención se alcanza este objetivo.

Es objeto de la presente invención un procedimiento según la reivindicación 1 para fabricar un combinado
60 (compound) de detergente o producto de limpieza dividido en partículas por granulación de una formulación de sustancia activa líquida o pastosa entre 0 y 100°C por mezclado de un sólido en un granulador de lecho fluidizado, dicho sólido contiene uno o varios materiales soporte del grupo de los silicatos de aluminio amorfos, arcillas, ácidos silícicos, silicatos de metales alcalinotérreos y carbonatos de metales alcalinotérreos.

Los granuladores de lecho fluidizado ya son conocidos para los expertos, por ejemplo con las denominaciones de
65 granulador de lecho fluidizado, mezclador de lecho fluidizado, mezclador de capa fluidizada o secador de lecho

fluidizado. En estos aparatos circulan un gas fluidizador desde abajo y a través de los sólidos divididos en partículas, dichos sólidos se fluidifican a partir de una determinada velocidad de dicho gas fluidizador. Se forma el llamado lecho fluidizado (capa fluidizada), en la que a partir del llamado punto de fluidizado (arremolinado) se compensa la fuerza de la gravedad de las partículas del sólido con la fuerza de resistencia opuesta a la circulación de la corriente. La consecución de este punto depende de una serie de factores físicos, por ejemplo de la densidad, del tamaño, de la distribución y de la forma de las partículas. En los procedimientos de la invención se emplea como gas fluidizador con preferencia el aire, el nitrógeno o vapor de agua, así como las mezclas de los mismos, pero en especial el aire. Los aparatos en cuestión pueden utilizarse por ejemplo para secar o para enfriar sólidos divididos en partículas. En los procedimientos de la invención se introduce en el lecho fluidizado una formulación de sustancia activa líquida o pastosa, que se granula dentro de dicho granulador de lecho fluidizado junto con el sólido contenido en el lecho fluidizado por arremolinado íntimo.

En el estado de la técnica ya se han descrito procedimientos de granulación en granuladores de lecho fluidizado, en cuyo lecho fluidizado se introducen por pulverización formulaciones líquidas o pastosas, pero, aparte del producto dividido en partículas procedente del curso previo del procedimiento que pueda utilizarse eventualmente, no se introduce en el granulador de lecho fluidizado ningún otro componente dividido en partículas. A diferencia de ello, la introducción (alimentación) de un sólido en el granulador de lecho fluidizado es un paso esencial del procedimiento de la invención. El sólido introducido en el granulador de lecho fluidizado contiene según la invención uno o varios materiales soporte del grupo de los silicatos de aluminio amorfos, arcillas, ácidos silícicos, silicatos alcalinotérreos y carbonatos alcalinotérreos. Aparte del material soporte, el sólido introducido en el granulador de lecho fluidizado puede contener uno o varios componentes adicionales divididos en partículas. Los componentes adicionales adecuados divididos en partículas se eligen con preferencia entre el grupo de las sustancias soporte (builder) y de las cargas de relleno. El sólido contiene con preferencia zeolitas, citratos, silicatos, carbonatos, sulfatos y/o policarboxilatos. Es también ventajoso el uso de tensioactivos o mezclas de tensioactivos sólidos como ingredientes del sólido introducido en el granulador de lecho fluidizado.

En el contexto de la presente invención son idóneos como materiales soporte los materiales que tienen muy buenas propiedades de absorción. Como indicado de las propiedades de absorción puede utilizarse el poder de absorción de aceite, que puede determinarse con arreglo a la norma ISO 787-5. Según este método se deposita sobre una placa una cantidad de muestra del material dividido en partículas a analizar. Con una bureta se le añade lentamente por goteo el aceite de linaza de pinturas (4 ó 5 gotas de una vez) y después de cada adición se incorpora el aceite al material dividido en partículas por frotamiento con una espátula. Se continúa la adición del aceite hasta que se forman aglomerados de sólido y aceite. A partir de este momento se añade cada vez 1 gota y una vez añadido el aceite se frota a fondo con la espátula. Cuando se ha formado una pasta blanda, se da por finalizada la adición del aceite, dicha pasta debería poder repartirse sin romperse ni desmigajarse y adherirse todavía sobre la placa. El poder de absorción de aceite se expresa en ml de aceite por 100 g de muestra.

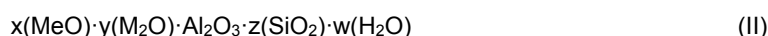
El material soporte empleado en el procedimiento de la invención tiene con preferencia un poder de absorción de aceite, cuantificado con arreglo a la norma ISO 787-5, superior a 40 ml/100 g, con mayor preferencia superior a 60 ml/100 g, en especial superior a 80 ml/100 g, con preferencia especial superior a 100 ml/100 g, con preferencia muy especial superior a 120 ml/100 g, con preferencia superior a 140 ml/100 g y en especial superior a 160 ml/100 g. Con independencia de los valores del poder de absorción de aceite, la superficie BET (según norma DIN 66131) del material soporte se sitúa con preferencia por lo menos en 10 m²/g, en especial por lo menos en 40 m²/g, con preferencia especial por lo menos en 70 m²/g, con preferencia por lo menos en 100 m²/g y en especial por lo menos en 130 m²/g. El tamaño medio de partícula d₅₀ del material soporte se sitúa por debajo de 100 µm, con preferencia por debajo de 75 µm, con mayor preferencia por debajo de 50 µm y en especial por debajo de 25 µm.

El material soporte contiene con preferencia silicatos de aluminio amorfos. Se entiende por tales los compuestos que se presentan en forma amorfa, que contienen diversas porciones de óxido de aluminio (Al₂O₃) y de dióxido de silicio (SiO₂) y que contienen otros metales. El silicato de aluminio amorfo utilizado en el procedimiento de la invención puede describirse con preferencia mediante una de las fórmulas (I) o (II).

En la fórmula (I), M significa un metal alcalino, con preferencia sodio o potasio. x adopta con preferencia especial valores comprendidos entre 0,2 y 2,0, "y" adopta valores de 0,5 a 10,0 y w puede adoptar todos los valores positivos, incluido el 0.



En la fórmula (II), Me significa un metal alcalinotérreo, M significa un metal alcalino, además x adopta con preferencia valores de 0,001 a 0,1, "y" adopta valores de 0,2 a 2,0, z adopta valores de 0,5 a 10,0 y w adopta valores positivos, incluido el 0.



Además, el material soporte en lugar de los silicatos de aluminio amorfos o además de ellos puede contener arcillas, con preferencia bentonitas, silicatos de metales alcalinotérreos, con preferencia silicato cálcico, carbonatos de

metales alcalinotérreos, en especial carbonato cálcico y/o carbonato magnésico y/o ácido silícico.

Los ácidos silícicos están presentes con preferencia especial en el material soporte, la denominación ácido silícico se emplea aquí como nombre genérico de los compuestos de la fórmula general $(\text{SiO}_2)_m \cdot n\text{H}_2\text{O}$. Los ácidos silícicos precipitados se obtienen a partir de una solución acuosa de silicato alcalino, por precipitación con ácidos inorgánicos. Se forman partículas primarias coloidales que, al progresar la reacción, se aglomeran y finalmente crecen en forma de agregados. Las formas voluminosas pulverulentas tienen superficies BET de 30 a 800 m²/g.

Se incluyen dentro de la denominación de ácidos silícicos pirogénicos los ácidos silícicos altamente dispersados, que se obtienen por hidrólisis de llama. Para ello se descomponen el tetracloruro de silicio con la llama de gas detonante (oxhídrico). Los ácidos silícicos pirogénicos presentan en su superficie un número de grupos OH claramente inferior al que poseen los ácidos silícicos precipitados. Por el carácter hidrófilo, debido a los grupos silanol, los ácidos silícicos sintéticos se someten con frecuencia a procesos químicos de tratamiento posterior, en los que los grupos OH reaccionan p.ej. con clorosilanos orgánicos. De este modo se generan superficies modificadas, p.ej. hidrófobas, que amplían notablemente las propiedades técnicas de aplicación de los ácidos silícicos. En el contexto de la presente invención se incluyen también dentro del término "ácidos silícicos" los ácidos silícicos modificados químicamente.

En el procedimiento de la invención, el material soporte contiene con preferencia ácidos silícicos altamente dispersados, entre ellos se incluyen también los ácidos silícicos de partículas muy finas, cuyas partículas primarias tienen con preferencia un tamaño medio comprendido entre 5 y 40 nm, con preferencia entre 10 y 30 nm y en especial entre 15 y 25 nm. Semejantes ácidos silícicos altamente dispersados tienen una superficie muy grande, son especialmente preferidos los valores de la superficie medidos según BET que se sitúan entre 90 y 500, con preferencia entre 150 y 400 m²/g.

En este aspecto constituyen formas de ejecución especialmente ventajosas el Sipernat 22 S, Sipernat 50 o Sipernat 50 S de la empresa Degussa (República Federal de Alemania), que son ácidos silícicos secados por atomización y después especialmente molidos, porque han demostrado ser muy absorbentes. Son también preferidos los demás ácidos silícicos ya conocidos por el estado de la técnica.

En el granulador de lecho fluidizado se mezclan la formulación de sustancia activa, que a una temperatura entre 0 y 100°C, con preferencia entre 20 y 80°C y en especial entre 30 y 60°C está presente en forma líquida o pastosa, y el sólido que contiene o está formado por el material soporte antes descrito. En el sentido de la presente invención, las formulaciones de sustancia activa que tienen una viscosidad como máximo de 50 Pa·s se consideran pastosas.

Aparte de una sustancia activa o de una mezcla que contenga varias sustancias activas, la formulación de sustancia activa puede contener uno o varios disolventes o dispersantes. En una forma de ejecución del procedimiento de la invención, la formulación de sustancia activa está formada por menos del 50 % en peso, con preferencia menos del 40 % en peso, con preferencia especial menos del 30 % en peso, con mayor preferencia menos del 20 % en peso, con preferencia muy especial menos del 10 % en peso, con preferencia menos del 5 % en peso y en especial menos del 2 % en peso de disolventes o dispersantes, los porcentajes se refieren al peso de la formulación de sustancia activa. Los ejemplos de formulaciones de sustancia activa, que se incluyen dentro de esta forma de ejecución, contienen:

- a) tensioactivo no iónico, por ejemplo alcohol graso etoxilado, óxido de amina o éter mixto de grupos hidroxilo mezclado con un máximo del 20 % en peso, con preferencia un máximo del 10 % en peso y en especial un máximo del 5 % en peso de agua,
- b) una mezcla de varios tensioactivos no iónicos, por ejemplo una mezcla de diversos alcoholes etoxilados, con un máximo del 20 % en peso, con preferencia un máximo del 10 % en peso y en especial un máximo del 5 % en peso de agua,
- c) una mezcla formada por tensioactivos no iónicos y aniónicos o por un tensioactivo aniónico y un jabón y además un máximo del 20 % en peso, con preferencia un máximo del 10 % en peso y en especial un máximo del 5 % en peso de agua,
- d) una mezcla formada por uno o varios tensioactivos no iónicos, por ejemplo un alcohol graso etoxilado, y polímeros, por ejemplo policarboxilatos con un máximo del 20 % en peso, con preferencia un máximo del 10 % en peso y en especial un máximo del 5 % en peso de agua.

En otra forma de ejecución del procedimiento de la invención, la formulación de sustancia activa contiene por lo menos un 10 % en peso, con preferencia del 12 al 85 % en peso, con mayor preferencia del 15 al 75 % y en especial del 20 al 65 % en peso de disolventes o dispersantes, porcentaje referido a la formulación de sustancia activa. Son ejemplos de formulaciones de sustancia activa de esta forma de ejecución:

- i) formulaciones acuosas de tensioactivos aniónicos, que contienen del 25 al 70 % en peso, en especial del 30 al 60 % en peso agua y del 30 al 75 % en peso, en especial del 40 al 70 % en peso de alquilbencenosulfonato, sulfato de alcohol graso y/o metilestersulfonato y que opcionalmente contienen además polímeros y/o fosfonatos,
- ii) soluciones acuosas de polímeros que contienen del 20 al 50 % en peso de polímero, por ejemplo un

policarboxilato o un polímero vinílico y del 80 al 50 % en peso de agua.

En una forma de ejecución del procedimiento de la invención, en la que la formulación de sustancia activa contiene por lo menos un 10 % en peso de disolventes o dispersantes, durante la granulación de la formulación de sustancia activa se elimina por lo menos una parte del disolvente o dispersante. Sin embargo, en casos determinados puede ser deseable que la mayor parte o la totalidad del disolvente o del dispersante permanezca en el combinado (compound) de detergente o producto de limpieza dividido en partículas fabricado mediante el procedimiento. En el procedimiento de la invención, en el que la formulación de sustancia activa contiene por lo menos una sustancia activa y un disolvente o dispersante, se elimina con preferencia durante la granulación por lo menos una parte del disolvente o dispersante.

Ha demostrado ser ventajoso controlar las temperaturas del gas de fluidización, del lecho fluidizado y de los componentes líquidos que pulverizan en el procedimiento de la invención de granulación. Si la formulación de sustancia activa contiene un disolvente o dispersante, que tenga que eliminarse por lo menos en parte durante la granulación, la temperatura del gas de fluidización inmediatamente antes de entrar en el granulador de lecho fluidizado se situará con preferencia entre 30 y 260°C, en especial entre 60 y 230°C, con preferencia especial entre 90 y 200°C. El lecho fluidizado, formado por las partículas sólidas fluidizadas dentro del granulador de lecho fluidizado, presenta con preferencia una temperatura superior a 50°C, con mayor preferencia superior a 55°C, en especial superior a 60°C, con preferencia especial superior a 65°C y muy en especial superior a 70°C. La formulación de sustancia activa se introduce (se alimenta) con preferencia con una temperatura de 20 a 70°C, en especial de 30 a 65°C, con preferencia especial de 40 a 60°C y en especial de 50 a 55°C en el granulador de lecho fluidizado y se dosifica sobre las partículas fluidizadas. Si los componentes líquidos se calientan antes de pulverizarse, se puede lograr que el procedimiento de la invención tenga una mayor productividad.

Si durante la granulación no está prevista la eliminación del disolvente o del dispersante presente en la formulación de sustancia activa o si la formulación de sustancia activa no contiene ningún disolvente ni dispersante, entonces la temperatura del gas de fluidización inmediatamente antes de la entrada en el granulador de lecho fluidizado se situará con preferencia entre 0 y 100°C, en especial entre 10 y 90°C, con preferencia especial entre 15 y 80°C, con mayor preferencia entre 20 y 70°C y en especial entre 25 y 60°C. El lecho fluidizado, formado por las partículas sólidas fluidizadas dentro del granulador de lecho fluidizado, tiene con preferencia una temperatura comprendida entre 10 y 80°C, con mayor preferencia entre 15 y 75°C, en especial entre 20 y 70°C y muy en especial entre 25 y 65°C. La formulación de sustancia activa se introduce (alimenta) con preferencia con una temperatura de 10 a 80°C, en especial de 12 a 70°C, con preferencia especial de 14 a 60°C y muy en especial de 16 a 55°C en el granulador de lecho fluidizado y se reparte sobre las partículas fluidizadas.

Como disolvente o dispersante se emplea con preferencia el agua, un disolvente no acuoso, una mezcla de varios disolventes no acuosos o mezclas de agua y uno o varios disolventes no acuosos. Los disolventes no acuosos proceden por ejemplo del grupo de los alcoholes mono- o polivalentes, las alcanolaminas o glicoléteres. Pueden utilizarse disolventes elegidos entre el etanol, n- o i-propanol, butanoles, glicol, propano- o butanodiol, glicerina, diglicol, propil- o butildiglicol, hexilenglicol, éter de metilo del etilenglicol, éter de etilo del etilenglicol, éter de propilo del etilenglicol, éter de mono-n-butilo del etilenglicol, éter de metilo del dietilenglicol, éter de etilo del dietilenglicol, éter de metilo, de etilo o de propilo del propilenglicol, éter de monoetilo o de monoetilo del dipropilenglicol, éter de monoetilo o de monoetilo del diisopropilenglicol, metoxi-, etoxi- o butoxitriglicol, 1-butoxi-2-propanol, 3-metil-3-metoxibutanol, éter de t-butilo del propilenglicol, éter de di-n-octilo así como mezclas de estos disolventes. La formulación de sustancia activa contiene como disolvente o dispersante con preferencia especial agua o una mezcla de disolventes que contenga agua.

La formulación de sustancia activa contiene con preferencia una o varias sustancias activas elegidas entre el grupo formado por los tensioactivos no iónicos, tensioactivos aniónicos, tensioactivos catiónicos, blanqueantes ópticos, fosfonatos, activadores de blanqueo, polímeros e inhibidores de espumación.

Como tensioactivos no iónicos pueden utilizarse todos los tensioactivos no iónicos que los expertos ya conocen. Como tensioactivos preferidos se emplean los tensioactivos no iónicos de espumación débil. La formulación de sustancia activa contiene con preferencia especial tensioactivos no iónicos del grupo de los alcoholes alcoxilados. Como tensioactivos no iónicos se emplean con preferencia los alcoholes en especial primarios, alcoxilados, con mayor preferencia etoxilados, que tienen con preferencia de 8 a 18 átomos de C y en promedio de 1 a 12 moles de óxido de etileno (EO) por cada mol de alcohol, cuyo resto alcohol puede ser lineal o con preferencia ramificado con metilo en posición 2 o bien puede contener una mezcla de restos lineales y ramificados con metilo, como los existentes habitualmente en los restos oxoalcohol.

Pueden utilizarse también como tensioactivos no iónicos adicionales los alquilglicósidos de la fórmula general $RO(G)_x$, en la que R significa un resto alifático lineal primario o ramificado con metilo, en especial un resto alifático de 8 a 22 átomos de C, con preferencia de 12 a 18, ramificado con metilo en la posición 2 y G es el símbolo de una unidad de glicosa de 5 ó 6 átomos de C, con preferencia de la glucosa. El grado de oligomerización x, que indica la distribución de los monoglicósidos y oligoglicósidos, es cualquier número comprendido entre 1 y 10; x se sitúa con preferencia entre 1,2 y 1,4.

Pueden ser también apropiados los tensioactivos no iónicos del tipo óxido de amina, por ejemplo el óxido de N-cocoalquil-N,N-di-metilamina y el óxido de N-seboalquil-N,N-dihidroxietilamina y del tipo alcanolamidas de ácidos grasos.

5 Las sustancias activas preferidas son las aminas primarias, secundarias y terciarias, las alquilpropilendiaminas, bisaminopropilaminas, los óxidos de alquildimetilamina, alquildimetilbetainas, etoxilatos de amina, alquilpirrolidonas, alquiliminoglicinatos, alquiliminopropionatos, alquiliminodipropionatos, etoxilatos de óxidos de alquilamina.

10 Se emplean también con preferencia especial combinaciones de uno o varios alcoholes grasos de sebo con 20 - 30 EO y antiespumantes siliconados.

15 Son especialmente preferidos los tensioactivos no iónicos del grupo de los alcoholes alcoxilados, con preferencia especial del grupo de los alcoholes alcoxilados mixtos y en especial del grupo de los tensioactivos no iónicos-EO/AO/EO, o de los tensioactivos no iónicos-PO/AO/PO, en especial de tensioactivos no iónicos-PO/EO/PO. dichos tensioactivos no iónicos-PO/EO/PO se caracterizan por su buen control de la espumación.

20 Un objeto preferido de la presente invención es un procedimiento de fabricación de un combinado (compound) de detergente o producto de limpieza dividido en partículas por granulación de una sustancia activa líquida o pastosa entre 0 y 100°C, que contiene uno o varios tensioactivos no iónicos del grupo de los alcoholes etoxilados, óxidos de amina o alquilglicósidos y menos del 20 % en peso, en especial menos del 10 % en peso de disolventes o dispersantes, al que se añade por mezcla un sólido en un granulador de lecho fluidizado, dicho sólido contiene uno o varios materiales soporte del grupo de los silicatos de aluminio amorfos, arcillas, ácidos silícicos, silicatos de metales alcalinotérreos, carbonatos de metales alcalinotérreos, con preferencia ácido silícico. En esta forma de ejecución del procedimiento, la formulación de sustancia activa contiene además con preferencia especial del 0,1 al 35 % en peso, con preferencia del 1 al 30 % en peso, con mayor preferencia del 1,5 al 20 % en peso y en especial del 2 al 10 % en peso de jabón, los porcentajes se refieren al peso de la formulación de sustancia activa.

30 El combinado (compound) de detergente o producto de limpieza contiene con preferencia del 45 al 95 % en peso, con mayor preferencia del 50 al 90 % en peso y en especial del 60 al 85 % en peso de tensioactivo no iónico y con preferencia del 1 al 30 % en peso, con mayor preferencia del 1,5 al 25 % en peso, en especial del 2 al 20 % en peso, con preferencia especial del 2,5 al 15 % en peso y muy en especial 3 al 10 % en peso de uno o varios materiales soporte del grupo de los silicatos de aluminio amorfos, arcillas, ácidos silícicos, silicatos de metales alcalinotérreos, carbonatos de metales alcalinotérreos, con preferencia ácido silícico. El combinado (compound) de detergente o producto de limpieza contiene con preferencia especial del 3 al 15 % en peso, con mayor preferencia del 3,5 al 10 % en peso y en especial del 4 al 8 % en peso de ácido silícico.

35 Es también preferida la utilización de una formulación de sustancia activa, que contenga óxido de amina, jabón y alquilbencenosulfonato.

40 Aparte de los alquilbencenosulfonatos ya mencionados, pueden utilizarse también como tensioactivos aniónicos adicionales en la formulación de sustancia activa los de tipo sulfonato o incluso sulfato. Como tensioactivos de tipo sulfonato se toman en consideración con preferencia los (alquil C₉₋₁₃)bencenosulfonatos, los olefinasulfonatos, es decir, las mezclas de alqueno- e hidroxialcanosulfonatos, y los disulfonatos, que se obtienen por ejemplo a partir de monoolefinas C₁₂₋₁₈ con un doble enlace en posición terminal o en posición interior por sulfonación con trióxido de azufre gaseoso y posterior hidrólisis de los productos de sulfonación en medio básico o ácido. Son también adecuados los alcanosulfonatos, que se obtienen a partir de alcanos C₁₂₋₁₈ por ejemplo por sulfocloración o por sulfooxidación y posterior hidrólisis o neutralización. Son también adecuados los ésteres de ácidos α-sulfograsos (estersulfonatos), por ejemplo ésteres metílicos α-sulfonados de ácidos grasos de coco, de palmiste o de sebo hidrogenados.

50 Como tensioactivos aniónicos adicionales se toman en consideración en especial los jabones. Son idóneos los jabones de ácidos grasos saturados, por ejemplo las sales del ácido láurico, del ácido mirístico, del ácido palmítico, del ácido esteárico, del ácido erúxico hidrogenado y del ácido behénico así como en especial las mezclas de jabones derivadas de ácidos grasos naturales, por ejemplo los ácidos grasos de coco, de palmiste o de sebo.

55 Los tensioactivos aniónicos, incluidos los jabones, pueden presentarse en forma de sus sales sódicas, potásicas o amónicas así como en forma de sales solubles de bases orgánicas, por ejemplo de la mono-, di- o trietanolamina. Los tensioactivos aniónicos se presentan con preferencia en forma de sus sales sódicas o potásicas, en especial en forma de sus sales sódicas.

60 Otro objeto preferido de la presente invención es un procedimiento para la fabricación de un combinado (compound) de detergente o producto de limpieza dividido en partículas por granulación de una formulación de sustancia activa líquida o pastosa entre 10 y 100°C, que contiene uno o varios tensioactivos aniónicos del grupo de los alquilbencenosulfonatos, sulfatos de alcoholes grasos y estersulfonatos y del 20 al 65 % en peso de disolventes o dispersantes, en especial agua, a la que se incorpora por mezclado un sólido en un granulador de lecho fluidizado, dicho sólido contiene uno o varios materiales soporte del grupo de los silicatos de aluminio amorfos, arcillas, ácidos

silícicos, silicatos de metales alcalinotérreos, carbonatos de metales alcalinotérreos, con preferencia ácido silícico. Las formulaciones de sustancia activa provistas de tensioactivos aniónicos contienen además con preferencia especial un fosfonato y/o un polímero. El combinado (compound) de detergente o producto de limpieza contiene con preferencia del 45 al 95 % en peso, con mayor preferencia del 50 al 90 % en peso y en especial del 55 al 85 % en peso de tensioactivo aniónico y con preferencia del 2 al 20 % en peso, con mayor preferencia del 2 al 15 % en peso y en especial del 2 al 12 % en peso de uno o varios materiales soporte del grupo de los silicatos de aluminio amorfos, arcillas, ácidos silícicos, silicatos de metales alcalinotérreos, carbonatos de metales alcalinotérreos, con preferencia ácido silícico y con preferencia especial del 1 al 10 % en peso, en especial del 2 al 8 % en peso de fosfonato y/o de un polímero, en especial un policarboxilato.

En lugar de los tensioactivos mencionados o en combinación con ellos pueden utilizarse también tensioactivos catiónicos.

Para el cuidado y la mejora de las propiedades de los materiales textiles, por ejemplo un tacto más blando (avivado) y una menor carga electrostática (mayor confort de uso) pueden añadirse compuestos suavizantes. Las sustancias activas de estas formulaciones son compuestos de amonio cuaternario que tienen dos restos hidrófobos, por ejemplo el cloruro de diesterarildimetilamonio, que sin embargo por su insuficiente biodegradabilidad se está sustituyendo cada vez más por compuestos de amonio cuaternario, que en sus restos hidrófobos contienen grupos éster como puntos nominales de descomposición para la degradación biológica.

Semejantes "esterquats" de mejor biodegradabilidad se pueden obtener por ejemplo esterificando mezclas de metildietanolamina y/o trietanolamina con ácidos grasos y después cuaternizando los productos de reacción por métodos de por sí conocidos con agentes alquilantes. Como apresto es también idónea la dimetiloletilurea.

Los blanqueantes ópticos (también llamados "tonalizadores blancos") pueden utilizarse en la formulación de sustancia activa para eliminar el agrisado y el amarilleo de los materiales textiles tratados. Estas sustancias se absorben en las fibras y provocan el blanqueo o clarificación y un efecto de blanqueo aparente, ya que transforman la radiación ultravioleta invisible en luz visible de onda más larga, con lo cual la luz ultravioleta de la radiación solar se absorbe y se emite después en forma de fluorescencia ligeramente azulada y el tono amarillo de la ropa agrisada o amarilleada se convierte en tono blanco puro. Los compuestos apropiados proceden por ejemplo de los grupos de sustancias de los ácidos 4,4'-diamino-2,2'-estilbenodisulfónicos (ácidos flavónicos), 4,4'-diestiril-bifenileno, metilumbeliferonas, cumarinas, dihidroquinolinonas, 1,3-diaril-pirazolinás, imidas del ácido naftalénico, sistemas de benzoxazol, bencisoxazol y bencimidazol y derivados de pireno sustituidos con heterociclos.

Los fosfonatos preferidos son hidroxialcano- o aminoalcanofosfonatos. Entre los hidroxialcanofosfonatos es especialmente importante el 1-hidroxietano-1,1-difosfonato (HEDP) como sustancia soporte adicional (co-builder). Se utiliza con preferencia en forma de sal sódica, mientras que la sal disódica tiene un pH neutro y la sal tetrasódica un pH básico (pH = 9). Como aminoalcanosulfonatos se toman en consideración con preferencia el etilendiamina-tetrametileno-fosfonato (EDTMP), el dietileno-triamina-pentametileno-fosfonato (DTPMP) así como sus homólogos superiores. Se utilizan con preferencia en forma de sus sales sódicas que tienen pH neutro, por ejemplo la sal hexasódica del EDTMP o la sal heptasódica u octasódica del DTPMP.

Los activadores de blanqueo pueden utilizarse en los detergentes y productos de limpieza y en procedimiento de la invención en calidad de sustancia activa de la formulación, para conseguir durante la limpieza a temperaturas de 60°C e inferiores un mejor efecto de blanqueo. Como activadores de blanqueo pueden utilizarse compuestos, que en las condiciones de perhidrólisis generan ácidos peroxocarboxílicos alifáticos, que tienen con preferencia de 1 a 10 átomos de C, en especial de 2 a 4 átomos de C, y/o ácidos perbenzoicos opcionalmente sustituidos. Son idóneas las sustancias que llevan grupos O-acilo y/o N-acilo y/o grupos benzoílo opcionalmente sustituidos.

Como sustancias activas son también idóneos los policarboxilatos polímeros, tales son por ejemplo las sales de metales alcalinos del ácido poliacrílico o del ácido polimetacrílico, que tienen por ejemplo un peso molecular relativo de 500 a 70000 g/mol.

Los pesos moleculares indicados de los policarboxilatos polímeros son en el sentido de este documento los pesos moleculares ponderales medios M_w de la forma ácida correspondiente, que se determinan fundamentalmente por cromatografía de infiltración a través de gel (GPC), empleando para ello un detector UV. La medición se realiza frente a un patrón externo de ácido poliacrílico, que por su afinidad estructural con los polímeros analizados proporciona valores realistas de peso molecular. Estos datos difieren notablemente de los valores de peso molecular obtenidos empleando ácidos poliestirenosulfónicos como patrón. Los pesos moleculares obtenidos frente a los ácidos poliestirenosulfónicos son por lo general mucho más elevados que los pesos moleculares indicados en este documento.

Los polímeros apropiados son en especial los poliacrilatos, que tienen con preferencia un peso molecular de 2000 a 20000 g/mol. Debido a su solubilidad superior, dentro de este grupo pueden ser preferidos a su vez los poliacrilatos de cadena corta, que tienen pesos moleculares de 2000 a 10000 g/mol, con preferencia especial de 3000 a 5000 g/mol.

5 Son también idóneos los policarboxilatos copolímeros, en especial los formados por ácido acrílico y ácido metacrílico y los formados por el ácido acrílico o el ácido metacrílico y el ácido maleico. Han demostrado ser especialmente indicados los copolímeros de ácido acrílico y ácido maleico, que contienen del 50 al 90 % en peso de ácido acrílico y del 50 al 10 % en peso de ácido maleico. Sus pesos moleculares relativos, referidos a los ácidos libres, se sitúan en general entre 2000 y 70000 g/mol, con preferencia entre 20000 y 50000 g/mol y en especial entre 30000 y 40000 g/mol.

10 Son también especialmente preferidos los polímeros biodegradables formados por más de dos unidades monoméricas diferentes, por ejemplo los que como monómeros contienen sales del ácido acrílico y del ácido maleico así como alcohol vinílico o derivados de alcohol vinílico y los que como monómeros contienen sales del ácido acrílico y de un ácido 2-alkilalilsulfónico y derivados de azúcar.

15 Como inhibidores de espumación se toman en consideración entre otros los jabones, aceites, grasas, parafinas o aceites de silicona. En el contexto de la presente solicitud, las formulaciones preferidas de sustancia activa contienen parafinas, con preferencia parafinas sin ramificar (n-parafinas) y/o siliconas, con preferencia siliconas polímeras lineales, cuya estructura se ajusta al esquema $(R_2SiO)_x$ y que se denominan también aceites de silicona. Estos aceites de silicona suelen ser líquidos transparentes, incoloros, neutros, inodoros, hidrófobos y tener un peso molecular comprendido entre 1000 y 150.000 y viscosidades entre 10 y 1.000.000 mPa·s.

20 Dado que los fosfonatos y los polímeros, en especial los policarboxilatos, influyen positivamente en las propiedades de fluidez, en la tendencia a la aglomeración y en el carácter higroscópico del detergente o producto de limpieza dividido en partículas, la formulación de sustancia activa contendrá con preferencia un polímero y/o fosfonato, en especial en una cantidad comprendida en cada caso entre el 0,5 y el 15 % en peso, porcentaje referido a la formulación de sustancia activa.

25 Una ventaja del procedimiento de la invención consiste en que permite la fabricación de combinados (compounds) de detergente y producto de limpieza dividido en partículas, que con respecto a los combinados exentos de materiales soporte (materiales soporte según la definición de la presente invención) de propiedades físicas similares, tienen un contenido mayor de sustancia activa o que, con un contenido igual de sustancia activa, presentan propiedades físicas mejores.

30 Con la fabricación de la invención en un granulador de lecho fluidizado se consigue seguir mejorando además las propiedades físicas de los granulados, en especial su solubilidad y fluidez (resbalamiento de partículas sólidas sobre partículas sólidas). Ahora se ha encontrado de modo sorprendente que se mejora además la resistencia al sangrado del combinado (compound) de detergente o producto de limpieza dividido en partículas y fabricado por el procedimiento de la invención con respecto a los combinados de igual formulación, que se hayan fabricado en máquinas mezcladoras y en mezcladoras de caída libre. Sin asumir ninguna teoría acerca de las relaciones físicas que subyacen a este efecto, parece posible que el tratamiento suave de los componentes utilizados en el procedimiento de la invención contribuyen también a mejorar las propiedades físicas del combinado (compound) de detergente o producto de limpieza dividido en partículas que se fabrica con el procedimiento de la invención. Parece que la estructura de núcleo-envoltura generada con la utilización del sólido repercute también ventajosamente en las propiedades de sangrado (migración) de dicho combinado.

35 40 45 Otro objeto de la presente invención es un combinado (compound) de detergente o producto de limpieza, que está formado por un núcleo y por lo menos dos envolturas contiene un material soporte del grupo de los silicatos de aluminio amorfos, arcillas, ácidos silícicos, silicatos de metales alcalinotérreos, carbonatos de metales alcalinotérreos, y por lo menos un 30 % en peso de una o varias sustancias activas elegidas entre la lista de los tensioactivos no iónicos, tensioactivos aniónicos, tensioactivos catiónicos, blanqueantes ópticos, fosfonatos, activadores de blanqueo, polímeros e inhibidores de espumación.

50 55 60 El combinado (compound) de detergente o producto de limpieza de la invención, fabricado con preferencia por el procedimiento de la invención, contiene con preferencia por lo menos un 40 % en peso, con preferencia especial por lo menos un 50 % en peso, con mayor preferencia por lo menos un 60 % en peso, con preferencia especial por lo menos un 70 % en peso, con mayor preferencia por lo menos un 80 % en peso, en especial por lo menos un 90 % en peso y muy en especial por lo menos un 95 % en peso de una o varias sustancias activas, en especial del grupo de los tensioactivos no iónicos, tensioactivos aniónicos, tensioactivos catiónicos, blanqueantes ópticos, fosfonatos, activadores de blanqueo, polímeros e inhibidores de espumación. El combinado (compound) de detergente o producto de limpieza contiene del 2 al 30 % en peso, con preferencia del 2 al 25 % en peso, con preferencia especial del 2 al 20 % en peso y en especial del 3, 4, 5, 6, 7 ó 8 al 10, 11, 12, 13, 14 ó 15 % en peso de un material soporte o de varios materiales soporte del grupo de los silicatos de aluminio amorfos, arcillas, ácidos silícicos, silicatos de metales alcalinotérreos o carbonatos de metales alcalinotérreos.

65 El combinado (compound) de detergente o producto de limpieza de la invención, fabricado con preferencia por el procedimiento de la invención tiene con mayor preferencia una densidad aparente comprendida entre 450 y 850 g/l, con preferencia entre 500 y 800 g/l, con preferencia especial entre 550 y 750 g/l y en especial entre 600 y 750 g/l.

Se ha encontrado en especial que la utilización de una formulación de sustancia activa que contenga un disolvente o dispersante en el procedimiento de la invención permite obtener un combinado (compound) de detergente o producto de limpieza dividido en partículas, que puede denominarse fluido, con un contenido de sustancia activa superior al 50 % en peso, porcentaje referido a la cantidad de sustancia activa existente en el combinado (compound) de detergente o producto de limpieza, mientras que un procedimiento, que solamente se diferencia del procedimiento de la invención por la elección del granulador (mezclador de alto cizallamiento), no proporcionará ningún producto dividido en partículas, sino que generará un producto pastoso con grandes grumos de componentes que no se han mezclado suficientemente. Si se disminuye la cantidad de la formulación de sustancia activa que contiene un disolvente o dispersantes que se emplea en el procedimiento en cuestión, y por consiguiente también en contenido de sustancia activa de los productos de dicho procedimiento, entonces en el procedimiento realizado en el mezclador de alto cizallamiento se obtienen también granulados, pero estos son pegajosos y no fluyen. El trasvase de estos granulados pegajosos a un dispositivo de secado, en este caso un aparato de lecho fluidizado, es difícil porque el granulado no fluye y solamente puede acarreararse de modo muy costoso. En el aparato de lecho fluidizado se forman, en especial en la entrada del aparato, deposiciones de material pegajoso, que se pretendía secar. Estos problemas no surgen en el procedimiento de la invención.

En algunas formas de ejecución del procedimiento de la invención puede ser ventajoso mezclar una parte del material soporte, con preferencia del 10 al 90 % en peso del material soporte empleado en el procedimiento, con la formulación líquida o pastosa de sustancia activa para generar una masa bombeable y/o extrusionable antes de que esta masa se introduzca en el granulador de lecho fluidizado.

Esta realización del procedimiento es especialmente ventajosa cuando la formulación de sustancia activa empleada en el procedimiento contiene menos del 20 % en peso, con preferencia menos del 10 % en peso, en especial menos del 5 % en peso y muy en especial menos del 2,5 % en peso de disolventes o dispersantes, porcentajes referidos al peso de la formulación de sustancia activa. En este caso puede ser ventajoso mezclar una gran parte del material soporte empleado en el procedimiento de la invención, por ejemplo hasta el 90 % en peso, con preferencia entre el 20 y el 85 % en peso, con preferencia especial entre el 30 y el 80 % en peso, con mayor preferencia entre el 40 y el 75 % en peso, en especial entre el 50 y el 70 % en peso y muy en especial entre el 60 y el 65 % en peso del material soporte con la formulación de sustancia activa para formar una masa bombeable y/o extrusionable, antes de esta masa se introduzca en el granulador de lecho fluidizado. Pero, según la invención por lo menos una parte del material soporte empleado en el procedimiento se introduce como sólido en el granulador de lecho fluidizado. Ahora se ha encontrado que los productos del procedimiento de la invención tienen mejores propiedades físicas, en especial una mejor fluidez (resbalamiento de partículas sólidas sobre partículas sólidas) en caso de una porción extraordinariamente elevada de sustancia y una menor tendencia al sangrado (migración), que los productos de un procedimiento de granulación en un granulador de lecho fluidizado, en el que los materiales soporte se introducen en el granulador de lecho fluidizado exclusivamente en forma de masa bombeable y/o extrusionable, pero no en forma de sólido. Parece ser una ventaja especial del procedimiento aquí descrito que el material soporte, dado que se emplea en estado sólido y por tanto esencialmente seco, tiene un elevado poder de absorción de la sustancia activa líquida o pastosa contenida en la formulación, o incluso del disolvente o dispersante líquido o pastoso, mientras que un material soporte, que se introduce en el granulador de lecho fluidizado como componente de una masa bombeable o extrusionable, que contiene disolventes o dispersantes, ya no puede absorber más líquidos ni pastas durante el procedimiento de granulación.

Si la formulación de sustancia activa contiene por ejemplo por lo menos un 20 % en peso, con preferencia por lo menos un 25 % en peso, con preferencia especial por lo menos un 30 % en peso, con mayor preferencia por lo menos un 35 % en peso, con preferencia especial por lo menos un 40 % en peso, con mayor preferencia por lo menos un 45 % en peso, con preferencia por lo menos un 50 % en peso y en especial por lo menos un 55 % en peso de disolventes o dispersantes, entonces es ventajoso mezclar menos del 60 % en peso, con preferencia menos del 50 % en peso, con preferencia especial menos del 40 % en peso, con preferencia especial menos del 30 % en peso, con preferencia muy especial menos del 20 % en peso, con preferencia menos del 10 % en peso y en especial menos del 5 % en peso del material soporte empleado en el procedimiento con la formulación de sustancia activa para formar una masa, antes de que esta masa se introduzca en el granulador de lecho fluidizado. En el caso de mezclado de una formulación de sustancia activa con abundancia de disolventes o dispersantes con una porción grande del material soporte empleado en el procedimiento se requieren temperaturas elevadas para el gas de fluidización y un tiempo de permanencia prolongado, para poder eliminar una parte suficiente de los disolventes o dispersantes. Dado que las temperaturas elevadas y los tiempos de residencia prolongados se traducen en la descomposición de sustancias sensibles y, por tanto, en el empeoramiento de la calidad del producto y además conviene evitarlos por motivos económicos, no es preferido el mezclado de las formulaciones de sustancia activa, que contienen grandes cantidades de disolventes o dispersantes, con el material soporte empleado en el procedimiento o con una gran porción del mismo.

El procedimiento de la invención se lleva a la práctica con preferencia con velocidades de fluidización comprendidas entre 1 y 8 m/s y en especial entre 1,2 y 5,5 m/s.

Si la extracción de material del granulador de lecho fluidizado se realiza contra una corriente de aire clasificador,

entonces gracias a la clasificación se obtienen granulados libres de polvillo. Los granulados preferidos según la invención tienen un valor d_{50} entre 0,1 y 2,5 mm. En una forma de ejecución especialmente preferida, cuando las distribuciones de tamaños de partícula son finas y estrechas, se recicla la porción de tamaño mayor que 1,6 mm. Esta porción de tamaños groseros puede someterse a molienda y añadirse al granulador de lecho fluidizado en calidad de componente sólido o bien se disuelve, se mezcla con la formulación de sustancia activa y se reintroduce en el lecho fluidizado junto con ella.

El valor d_{50} del producto que sale del granulador de lecho fluidizado se sitúa con preferencia entre 0,1 y 0,8 mm, en especial entre 0,2 y 0,6 mm, cuando el combinado (compound) de detergente o producto de limpieza tiene que mezclarse con otros componentes divididos en partículas para formar el producto final, que presenta un tamaño medio de partícula d_{50} dentro de este intervalo. En cambio, si el combinado (compound) de detergente o producto de limpieza tiene que mezclarse para formar un detergente o producto de limpieza más grosero, entonces puede ser preferido ajustar la corriente de aire clasificador de tal manera que el producto que sale del granulador de lecho fluidizado tenga un tamaño medio de partícula d_{50} comprendido entre 0,7 y 1,6 mm, en especial entre 0,9 y 1,4 mm.

El material soporte o bien la porción de material soporte, que se introduce como sólido en el granulador de lecho fluidizado, se acarrea con preferencia con aire comprimido, con preferencia con una velocidad de 10 - 50 m/s, en especial de 20 - 40 m/s, a la cámara de granulación. Para ello, el o los puntos de introducción del sólido pueden posicionarse directamente sobre el fondo de afluencia (entrada) del granulador de lecho fluidizado, en la zona comprendida entre el fondo de afluencia y el límite superior del lecho fluidizado formado por la fluidización de las partículas que se hallan dentro del granulador de lecho fluidizado o incluso por encima del límite superior del lecho fluidizado.

Se denomina altura o límite (superior) del lecho fluidizado una posición del granulador de fluidización tal que entre ella y el fondo de afluencia se encuentra por lo menos el 90 % en peso de las partículas contenidas en el granulador de fluidización en el momento considerado.

Si por lo menos una parte del material soporte empleado en el procedimiento, con preferencia por lo menos un 30 % en peso, en especial por lo menos un 45 % en peso, con preferencia especial por lo menos un 60 % en peso y muy en especial por lo menos el 75 % en peso del material soporte empleado en forma sólida para el procedimiento, se introduce en el granulador de lecho fluidizado por los tres cuartos inferiores, con preferencia por la mitad inferior y en especial por el tercio inferior de la altura del lecho fluidizado formado dentro del granulador, entonces el aire de fluidización aparta una cantidad notablemente menor del material soporte empleado para el procedimiento de la invención del lecho fluidizado que en los procedimientos habituales, en los que las partículas finas se introducen en la cámara de fluidización por un punto del granulador que está situado en una posición más elevada respecto al fondo de afluencia. Los puntos de introducción del material soporte estarán situados con preferencia a una distancia no superior a 50 cm, en especial no superior a 30 cm y muy en especial no superior a 10 cm del fondo de afluencia en dirección al límite superior del lecho fluidizado.

Se denominan partículas "finas" en el sentido de este documento las que tienen un tamaño medio d_{50} inferior a 200 μm , en especial inferior a 100 μm . Los expertos conocen suficientemente los métodos apropiados para determinar el tamaño de partícula y el diámetro medio de materiales en polvo, granulados y aglomerados, que aquí se denominan resumiendo "granulados". En el contexto de esta invención se determinan los tamaños de partícula por análisis granulométrico. Se entiende por el término "tamaño medio de partícula d_{50} " aquel valor, en el que el 50 % de las partículas presentan un diámetro inferior y un 50 % de las partículas presentan un tamaño mayor (porcentajes referidos en cada caso a la masa de partículas). Aquí se denomina cámara de fluidización la cámara que se halla por encima del fondo de afluencia (entrada) del granulador de lecho fluidizado, aquí no se distingue entre cámara de fluidización y cámara de reposo y en su lugar el término cámara de fluidización incluye también la zona correspondiente a la cámara de reposo.

Si en el procedimiento de la invención se emplea un granulador de lecho fluidizado, cuya cámara de fluidización no tiene ángulos y, por tanto, presenta por ejemplo una forma cilíndrica (lecho fluidizado redondo), entonces el material soporte puede introducirse en el lecho fluidizado por ejemplo en sentido tangencial o radial. La introducción del material soporte se realiza con preferencia en un ángulo de incidencia (ataque) de 30 a 90° respecto al lecho fluidizado, dicho ángulo de incidencia se mide de manera que un ángulo de 90° equivale a una dirección tangencial y un ángulo de 0° equivale a una dirección radial y, por lo tanto, se determina el ángulo entre la dirección de la entrada (alimentación) y la recta que es la "prolongación del radio" del lecho fluidizado redondo. El ángulo de incidencia para la introducción del material soporte se sitúa con preferencia entre 45 y 70° y en especial entre 50 y 60°.

Si la cámara de fluidización tiene forma de paralelepípedo (lecho fluidizado rectangular), entonces los puntos de introducción del material soporte están situados con preferencia en las superficies de la pared de la cámara de fluidización y no se hallarán en una posición muy próxima a los ángulos, en los que en cada caso confluyen dos superficies de pared. Los puntos de introducción estarán alejados de los ángulos con preferencia por lo menos un 1/20 de la anchura de la superficie horizontal, en especial por lo menos un 1/10 y muy en especial un 1/5 de la anchura de la superficie horizontal, que limita en cada caso con el ángulo, en la que se halla el punto de introducción. La introducción del material soporte se realiza con preferencia en dirección al centro de la cámara de

fluidización. Sin embargo también es posible introducir el material soporte en el lecho fluidizado en un ángulo de 0 a 80°, este ángulo se determina entre la dirección de la entrada y la ortogonal respecto a la superficie de pared, en la que se halla el punto de introducción. La introducción en sentido de la ortogonal equivale, pues, a un ángulo de 0° y la introducción a lo largo de la superficie de la pared equivale a un ángulo de 90°.

Con independencia de la forma de la cámara de fluidización, el material soporte se introduce en el lecho fluidizado con preferencia en sentido horizontal o en dirección al fondo de afluencia, es decir, en sentido hacia abajo. En el caso de que la introducción se realice en dirección al fondo de afluencia, el sentido de la introducción con la horizontal abarca con preferencia un ángulo comprendido entre 1 y 80°, con preferencia entre 3 y 75°, con preferencia especial entre 5 y 70° y en especial entre 7 y 65°.

Adoptar esta medida conlleva la ventaja de seguir aumentando el tiempo de permanencia del material soporte fino en el lecho fluidizado. En una forma preferida de ejecución del procedimiento de la invención se ajusta previamente el tamaño medio de partícula del material soporte en un paso de procedimiento anterior a la granulación de la formulación de sustancia activa a un valor comprendido entre 25 y 100 µm, con preferencia entre 35 y 100 µm, con preferencia especial entre 45 y 100 µm y en especial entre 55 y 100 µm. Este paso previo a la granulación de la formulación de sustancia activa se realiza con preferencia en una mezcladora con herramientas mezcladoras o en una mezcladora de caída libre. Cabe imaginar también el secado por atomización de una suspensión de material soporte, que aparte del material soporte y un componente líquido contenga otros componentes, por ejemplo agentes estructurantes.

Para ajustar el tamaño de partícula del material soporte (a "partículas groseras de material soporte") se mezcla el material soporte preferentemente con agentes estructurantes y se granula. Una ventaja del ajuste del tamaño de partícula del material soporte al intervalo indicado consiste en la menor tendencia a la formación de polvillo del material soporte durante la realización del procedimiento de la invención. Consecuencia de ello es la menor contaminación medioambiental y del personal encargado de llevar a la práctica el procedimiento con el material soporte fino; dicho material soporte, debido al mayor peso de los granulados de material soporte fabricados previamente, permanece en la parte inferior del lecho fluidizado y se extrae del lecho fluidizado y se retiene en los filtros en una cantidad notablemente menor. Como agentes estructurantes se emplean con preferencia ingredientes solubles en agua de los detergentes o productos de limpieza y en especial polímeros solubles en agua. Como agentes estructurantes se emplean con preferencia especial los policarboxilatos. A diferencia de los agentes estructurantes insolubles en agua, los agentes estructurantes solubles en agua que se emplearán con preferencia se disuelven rápidamente en los baños acuosos de detergente o producto de limpieza, de modo que las partículas "groseras" de material soporte, que se forman en el baño de detergente o producto de limpieza, se desintegran y por lo tanto ya no quedan como restos "groseros" insolubles sobre la superficie que se ha lavado, en especial sobre la colada que se ha lavado.

Tanto la introducción antes descrita del material soporte o de una parte del material soporte en la proximidad del fondo de afluencia, como también el ángulo de introducción elegido para el material soporte y también el ajuste del tamaño de partícula del material soporte descrito previamente se traducen en que el material soporte, en la forma que se comercializa y se emplea habitualmente y que puede denominarse fina, permanece durante más tiempo en el lecho fluidizado que en el caso de que el material soporte se introdujera en un granulador de lecho fluidizado del modo ya conocido convencionalmente. Como consecuencia de ello se extrae menos material soporte del lecho fluidizado y se deposita menor cantidad de material soporte en los filtros internos o externos del granulador de lecho fluidizado. Por lo demás, debido a la permanencia del material soporte en el lecho fluidizado, se forma una estructura nítida de núcleo-envoltura en el combinado (compound) de detergente o producto de limpieza, que se traduce en buenas propiedades físicas y que además podría dar pie a la consecución de contenidos elevados de sustancia activa en el combinado (compound) de detergente o producto de limpieza. Si se combinan las medidas mencionadas, entonces se intensifica el efecto resultante.

La formulación de sustancia activa se pulveriza con preferencia con boquillas pulverizadoras de dos cabezales sobre el material soporte en movimiento. La formulación de sustancia activa se pulveriza con preferencia del modo más homogéneo posible sobre el material soporte y el o los demás componentes opcionales adicionales. Si la formulación de sustancia activa no puede pulverizarse, entonces se introducirá en el granulador de lecho fluidizado con preferencia por bombeo o por extrusión. Además es posible y especialmente preferido introducir la formulación de sustancia activa en el granulador de lecho fluidizado en forma de una espuma.

El producto del procedimiento de la invención puede utilizarse como combinado (compound) de detergente o producto de limpieza dividido en partículas y mezclarse con los demás componentes divididos en partículas de un detergente o producto de limpieza. Solo o después de mezclarse con los demás componentes divididos en partículas, el combinado (compound) de detergente o producto de limpieza de la invención puede extraerse, prensarse o dispersarse en formulaciones líquidas o de tipo gel. Otro objeto de la presente invención es un detergente o producto de limpieza en forma granulada, líquida, de tipo gel o prensada (comprimida), que contenga del 1 al 99 % en peso de un combinado (compound) de detergente o producto de limpieza fabricado por el procedimiento de la invención.

Es un objeto preferido de la presente invención un detergente o producto de limpieza dividido en partículas, que contiene por lo menos los dos componentes siguientes divididos en partículas:

- un combinado (compound) de detergente o producto de limpieza dividido en partículas y fabricado por el procedimiento de la reivindicación 1, que está formado por un núcleo y por lo menos dos envolturas y contiene un material soporte del grupo de los silicatos de aluminio amorfos, arcillas, ácidos silícicos, silicatos de metales alcalinotérreos, carbonatos de metales alcalinotérreos, y por lo menos un 30 % en peso de una o varias sustancias activas elegidas entre la lista de los tensioactivos no iónicos, tensioactivos aniónicos, tensioactivos catiónicos, blanqueantes ópticos, fosfonatos, activadores de blanqueo, polímeros e inhibidores de espumación y
- otro componente dividido en partículas, que contiene por lo menos un 10 % en peso de sustancia soporte (builder), porcentaje referido al otro componente dividido en partículas,

y opcionalmente otros componentes divididos en partículas, por ejemplo granulados antiespumantes, manchas (speckles) coloreadas, formulaciones granuladas de blanqueantes y/o enzimas, granulados de tensioactivos aniónicos o tensioactivos no iónicos, granulados que contienen blanqueantes ópticos, granulados que contienen inhibidores de coloración, granulados de sustancias soporte (builder) y/o granulados que contienen sustancias activas repelentes de la suciedad o de eliminación de la suciedad (soil-release), siendo la proporción ponderal entre el combinado (compound) de detergente o producto de limpieza dividido en partículas y los demás componentes divididos en partículas del detergente o producto de limpieza entre 1:99 y 30:70.

Por lo demás es posible realizar después del paso de granulación del procedimiento de la invención un paso adicional y una vez efectuada la formulación de la sustancia activa recubrir las partículas resultantes con un componente líquido, que se elige con preferencia entre el grupo de los tensioactivos no iónicos y catiónicos, fragancias, inhibidores de espumación, blanqueantes ópticos y fosfonatos. Este paso adicional del procedimiento puede ejecutarse en cualquiera de las mezcladoras que los expertos ya conocen, con preferencia en una de las mezcladoras antes descritas o en combinaciones de mezcladoras.

El granulado resultante de este paso opcional adicional del procedimiento tiene con ventaja una densidad aparente comprendida entre 450 y 1000 g/l, con preferencia entre 500 y 900 g/l, con preferencia especial entre 550 y 850 g/l y en especial entre 600 y 800 g/l. El valor d_{50} se sitúa con preferencia entre 0,1 y 0,8 mm, en especial entre 0,2 y 0,6 mm, cuando el granulado está destinado a emplearse como combinado (compound) detergente y producto de limpieza, que tenga que mezclarse con otros componentes divididos en partículas para formar el producto final, que tenga un tamaño medio de partícula d_{50} de este intervalo. Por el contrario, cuando el combinado (compound) de detergente o producto de limpieza tenga que mezclarse para formar un detergente o producto de limpieza más grosera, entonces el tamaño medio de partícula d_{50} se situará con preferencia entre 0,7 y 1,6 mm, en especial entre 0,9 y 1,4 mm.

El producto dividido en partículas que se forma después de este paso posterior adicional de granulación puede utilizarse a su vez como combinado (compound) de detergente o producto de limpieza dividido en partículas y mezclarse con otros componentes divididos en partículas de un detergente o producto de limpieza, puede extruirse solo o después de haberse mezclado con otros componentes divididos en partículas, puede comprimirse o dispersarse en formulaciones líquidas o de tipo gel. Los demás componentes divididos en partículas, con los que puede mezclarse el combinado (compound) de detergente o producto de limpieza para fabricar un detergente o producto de limpieza sólido, pueden ser todos los granulados, polvos, extrusionados, aglomerados o incluso artículos moldeados que los expertos ya conocen. Los ingredientes preferidos de los demás componentes divididos en partículas se eligen con preferencia entre el grupo de las sustancias soporte (builder), tensioactivos, polímeros, blanqueantes, activadores de blanqueo, catalizadores de blanqueo, enzimas, desintegrantes, fragancias, esencias, electrolitos, tampones para ajustar el pH, agentes fluorescentes, materiales hidrotópicos, inhibidores de espumación, aceites de silicona, agentes antirredeposición, blanqueantes ópticos, inhibidores de agrisado, inhibidores de encogido, agentes antiarrugas, inhibidores de transferencia de color, sustancias activas antimicrobianas, germicidas, fungicidas, antioxidantes, agentes antiestáticos, auxiliares de planchado, agentes hidrofugantes e impregnantes, agentes hinchantes y antideslizantes así como absorbentes UV. Además, a la mezcla del combinado (compound) de detergente o producto de limpieza y el o los demás componentes divididos en partículas pueden añadirse por pulverización otros ingredientes líquidos o pastosos de detergentes o productos de limpieza.

Para facilitar la desintegración de los artículos moldeados prefabricados es posible incorporarles por mezclado auxiliares desintegrantes, también llamados explosivos de tabletas, con el fin de acortar los tiempos de desintegración. Se entiende por explosivos de tabletas o acelerantes de desintegración aquellos auxiliares que favorecen la desintegración rápida de las tabletas en agua o en otros medios y la rápida liberación de las sustancias activas.

De modo sorprendente se ha encontrado ahora que las tabletas, que contienen un combinado (compound) de detergente o producto de limpieza de la invención o un combinado (compound) de detergente o producto de limpieza fabricado por el procedimiento de la invención, tienen mejores propiedades de desintegración que las tabletas convencionales de la misma composición, pero que no contienen el combinado (compound) de detergente o producto de limpieza en cuestión. Esto permite que, para la fabricación de tabletas de detergente o producto de

limpieza, que contienen el combinado (compound) de detergente o producto de limpieza, se puedan ahorrar parte de los agentes desintegrantes requeridos normalmente para garantizar las propiedades de desintegración necesarias.

5 Si el combinado (compound) de detergente o producto de limpieza dividido en partículas se incorpora a un detergente o producto de limpieza líquido o de tipo gel, entonces podrá contener un espesante. El espesante puede ser por ejemplo un espesante de tipo poliacrilato, una goma xantano, goma gelano, harina de semillas de guar, alginato, carragenano, carboximetilcelulosa, bentonita, goma wellano, harina de semillas de algarrobo, agar-agar, tragacanto, goma arábica, pectinas, poliosas, almidón (modificado), dextrina, gelatina, caseína.

10 La viscosidad del detergente o producto de limpieza líquido puede medirse por los métodos estándar convencional y se sitúa con preferencia entre 500 y 5000 mPas (medida en un viscosímetro Brookfield LVT-11 a 20°C, varilla 3, que gira a una velocidad de 20 rpm). Los productos preferidos tienen viscosidades comprendidas entre 700 y 4000 mPas, siendo especialmente preferidos los valores comprendidos entre 1000 y 3000 mPas.

15 La fabricación de los detergentes o productos de limpieza líquidos se realiza por métodos y procedimientos habituales ya conocidos, en los que los ingredientes se mezclan por ejemplo de forma sencilla en reactores provistos de agitador, en los que de modo conveniente se depositan previamente el agua, los disolventes no acuosos y el o los tensioactivos y después se les añaden en porciones los demás ingredientes. No es necesario un calentamiento especial durante la fabricación, pero si fuera deseado, entonces la temperatura de la mezcla no debería superar los
20 80°C.

El combinado (compound) de detergente o producto de limpieza dividido en partículas puede dispersarse de forma estable en un detergente o producto de limpieza líquido, por ejemplo por agitación. Estable significa que el producto a temperatura ambiente y hasta 40°C es estable durante un período de tiempo de por lo menos 4 semanas y con preferencia por lo menos de 6 semanas, sin que el granulado del detergente o producto de limpieza flote y se acumule en la superficie o sin que sedimente.
25

Antes de su incorporación al producto líquido de tipo gel, el granulado del detergente o producto de limpieza se dota de un recubrimiento. Como materiales de recubrimiento pueden utilizarse polímeros, que no se disuelvan en la matriz que tenga un contenido relativamente bajo de agua.
30

Prensando (comprimiendo) el combinado (compound) de detergente o producto de limpiezas o un detergente o producto de limpieza que tenga por lo menos un 1 % en peso del combinado (compound) de detergente o producto de limpieza se obtienen tabletas, por ejemplo tabletas circulares o en forma de artesa, que pueden tener varias fases prensadas y opcionalmente no prensadas. También es posible envasar el detergente o producto de limpieza en envases divididos en porciones, por ejemplo en una bolsa (pouch) que con preferencia está formada por lo menos en parte por una lámina transparente, soluble en agua o dispersable en agua. El envase dividido en porciones puede estar formado también por varias cámaras y además del detergente o producto de limpieza en forma granulada o prensada puede contener otros componentes granulados, comprimidos, líquidos y/o en forma de gel.
35
40

Ejemplos

Ejemplo 1 de la invención y ejemplo comparativo 2

45 **Objetivo:** la fabricación de combinados (compounds) de detergente o producto de limpieza granulados que contienen aprox. un 60 % en peso tensioactivo aniónico, aprox. un 4 % en peso de ácido silícico y aprox. un 36 % en peso de zeolita A (incluida el agua).

Formulación de sustancia activa:

50 Como formulación de sustancia activa se emplea una pasta acuosa de alquilbencenosulfonato (Maranil A 55, fabricante: Cognis). La pasta contiene un 55 % en peso de alquilbencenosulfonato, aprox. un 2 % en peso de sales/diversos y aprox. un 33 % en peso de agua y, antes de la utilización, se mantiene a una temperatura constante de 60°C.

55 **Sólido:**

zeolita A (fabricante: Zeoline S.A., contenido de agua: aprox. 19 - 21 % en peso);
ácido silícico (Sipernat 22S, fabricante: Degussa).

60 Los dos sólidos presentan un tamaño medio de partícula d_{50} inferior a 10 μm .

Ejemplo 1 (de la invención)

65 En un granulador de lecho fluidizado (Glatt, tipo AGT 400) se depositan como materiales de partida 15 kg de granulado de un procedimiento previo y se arremolinan con 1000 m^3/h de una corriente de aire que se introduce con una temperatura de 160°C. Se introducen en continuo en el granulador de lecho fluidizado la formulación de

sustancia activa a través de una boquilla central de dos cabezales con un caudal másico de 10,9 kg/h y el ácido silícico y la zeolita A a través de una esclusa de rueda de cangilones con un caudal másico de 400 g/h (ácido silícico) o bien de 3,6 kg/h (zeolita A). El proceso transcurre en continuo durante varias horas. Se obtienen granulados con un 60 % en peso de tensioactivo, que tienen una densidad aparente de 615 g/l y un tamaño medio de partícula d_{50} de 1,1 mm. En el ensayo L (30°C, 15 min), la solubilidad de los granulados deja un residuo inferior al 5 % (evaluación: muy buena). El granulado obtenido se añade por mezclado en calidad de combinado (compound) a un detergente que tiene un tamaño de medio de partícula similar.

Ensayo L

Para determinar la solubilidad (ensayo L) en un vaso de precipitados de 2 l se esparcen con agitación 8 g del granulado a ensayar (agitador de laboratorio/cabezal agitador de hélice girando a 800 rpm a 1,5 cm del fondo del vaso de precipitados y en posición centrada) y se agita a 30°C durante 15 min. El ensayo se realiza con agua que tiene una dureza 16°d. A continuación se vierte el baño sobre un tamiz (80 μ m). Se enjuaga el vaso de precipitados con un poco de agua fría, que se vierte sobre el tamiz. La determinación se realiza por duplicado. Se secan los tamices en la estufa a 40°C \pm 2°C hasta peso constante y se pesa el residuo.

Ejemplo 2 (no corresponde a la invención)

En una mezcladora de alto cizallamiento (Schugi Flexomix[®]) de 150 mm de diámetro se introducen en continuo con un velocidad de giro de 1500 rpm 1,35 kg/h de ácido silícico y 12 kg/h de zeolita A de antes y 36,3 kg/h de la formulación de sustancia activa a través de dos boquillas de doble cabezal, la introducción de la formulación de sustancia activa se inicia 30 s después de la introducción de los sólidos. La mezcladora se queda pegada varias veces a pesar del dispositivo limpiadora. El material obtenido forma grandes grumos (conglomerados), de 1 a 2 cm de diámetro.

A continuación se traslada el material obtenido a un aparato de lecho fluidizado rectangular (Heinen, WT 5/30 L-S) para secarlo. Con una velocidad de alimentación (introducción) de 0,6 m/s (temperatura del aire introducido: 120°C), el fondo perforado de tipo Konidur queda cegado inmediatamente en la entrada. Los grumos no pueden arrastrarse hasta la salida por acción del lecho fluidizado y secarse al mismo. Se interrumpe el ensayo.

Como alternativa se intenta secar el material de la mezcladora de alto cizallamiento en un aparato de lecho fluidizado discontinuo (Glatt, tipo WSG-5) con un caudal de aire de 500 m³/h y una temperatura de 90°C. Dado que tampoco en esta variante del procedimiento se desintegran los grumos formados en el anterior paso del procedimiento, se tiene que interrumpir también este ensayo.

En los ensayos posteriores se pone de manifiesto que el contenido de tensioactivo tiene que reducirse hasta un valor inferior al 40 % o que la porción de ácido silícico tiene que aumentarse hasta un valor superior al 30 % reduciendo al mismo tiempo el contenido de zeolita, para de algún modo poder fabricar por este procedimiento granulados que tengan una distribución granulométrica entre 0,1 y 2,0 mm. Los granulados obtenidos por este método tienen una mala fluidez (resbalamiento de partículas sólidas sobre partículas sólidas).

Ejemplo 3 (de la invención):

En un granulador de lecho fluidizado (Glatt, tipo AGT 1800) se depositan como material de partida 1700 kg del granulado del anterior paso del procedimiento y se arremolinan con 18000 m³/h de aire de una temperatura de 150°C. Se introducen (dosifican) en continuo al granulador de lecho fluidizado la formulación de sustancia activa (igual que en el ejemplo 1) a través de dos boquillas de dos cabezales con un caudal másico de 750 kg/h y el ácido silícico (igual que en el ejemplo 1) y la zeolita A (igual que en el ejemplo 1) a través de tuberías neumáticas con un caudal másico de 50 kg/h (ácido silícico) o de 252 kg/h (zeolita A). Se obtienen granulados que tienen un 58 % en peso de tensioactivo, una densidad aparente de 715 g/l y un tamaño medio de partícula d_{50} de 0,6 mm.

Se mezclan el 3,4 % en peso del granulado obtenido con otros componentes de detergente divididos en partículas, formándose un detergente fino (en total: 100 % en peso).

Ejemplo 4 (de la invención)

Formulación de sustancia activa

alcohol graso C₁₂₋₁₈-7EO (Dehydol LT 7, fabricante: Cognis), mantenido a una temperatura constante de 55°C.

Sólido:

Ácido silícico (Sipernat 22S, fabricante: Degussa, tamaño medio de partícula d_{50} < 10 μ m). Polvo secado por atomización, basado en la zeolita (aprox. un 75 % en peso de zeolita A, densidad aparente: 450 g/l, tamaño medio

ES 2 440 269 T3

de partícula d_{50} : aprox. 0,45 mm).

5 En un granulador de lecho fluidizado (Glatt, tipo AGT 400, temperatura de alimentación: 25°C, cantidad introducida: 810 m³/h) se introducen en continuo la formulación de sustancia activa a través de una boquilla de dos cabezales con un caudal másico de 12 kg/h, el ácido silícico y el polvo secado por atomización a través de una esclusa de rueda de cangilones con un caudal másico de 1,2 kg/h (ácido silícico) o de 9,6 kg/h (polvo secado por atomización).

10 Los granulados resultantes tienen buena fluidez (resbalamiento de partículas sólidas sobre partículas sólidas), contienen un 52 % en peso de tensioactivo no iónico y presentan un tamaño medio de partícula d_{50} de 0,55 mm y una densidad aparente de 642 g/l.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Procedimiento para la fabricación de un combinado (compound) de detergente o producto de limpieza dividido en partículas por granulación de una formulación de sustancia activa líquida o pastosa entre 0 y 100°C con adición de un sólido a un granulador de lecho fluidizado, caracterizado porque el sólido contiene uno o varios materiales soporte del grupo de los silicatos de aluminio amorfos, arcillas, ácidos silícicos, silicatos de metales alcalinotérreos, carbonatos de metales alcalinotérreos, el tamaño medio de partícula d_{50} del material soporte es inferior a 100 μm y el combinado (compound) de detergente o producto de limpieza contiene del 2 al 30 % en peso de uno o varios materiales soporte.
- 10 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la formulación de sustancia activa contiene por lo menos una sustancia activa y un disolvente o dispersante y porque durante la granulación se elimina por lo menos parcialmente el disolvente o dispersante.
- 15 3. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado porque la formulación de sustancia activa contiene una o varias sustancias activas de la lista de los tensioactivos catiónicos, blanqueantes ópticos, fosfonatos, activadores de blanqueo, polímeros e inhibidores de espumación.
- 20 4. Procedimiento según una de las reivindicaciones 2 ó 3, caracterizado porque se introduce por lo menos una parte del material soporte en el granulador de lecho fluidizado por los tres cuartos inferiores, con preferencia por la mitad inferior y en especial por el tercio inferior de la altura del lecho fluidizado generado dentro del granulador.
- 25 5. Procedimiento según una de las reivindicaciones de 1 a 4, caracterizado porque se mezcla una parte del material soporte, con preferencia del 10 al 90 % en peso del material soporte empleado en el procedimiento con la formulación de sustancia activa líquida o pastosa para formar una masa bombeable y/o extrusionable, antes de que esta masa se introduzca en el granulador de lecho fluidizado.
- 30 6. Procedimiento según una de las reivindicaciones de 1 a 5, caracterizado porque después de la granulación se aplica sobre las partículas obtenidas un componente líquido elegido con preferencia entre el grupo de los tensioactivos no iónicos y catiónicos, fragancias, inhibidores de espumación, blanqueantes ópticos y fosfonatos.
- 35 7. Procedimiento según una de las reivindicaciones de 1 a 6, caracterizado porque, después de la granulación y del recubrimiento opcional de los granulados resultantes con un componente líquido, los granulados resultantes solos o después de haberse mezclado con otros componentes divididos en partículas se extruyen, se comprimen o se dispersan en formulaciones líquidas o de tipo gel.
- 40 8. Combinado (compound) de detergente o producto de limpieza, que está formado por un núcleo y por lo menos dos envolturas, que contiene un material soporte del grupo de los silicatos de aluminio amorfos, arcillas, ácidos silícicos, silicatos de metales alcalinotérreos, carbonatos de metales alcalinotérreos y por lo menos el 30 % en peso de una o de varias sustancias activas elegidas entre la lista de los tensioactivos no iónicos, tensioactivos aniónicos, tensioactivos catiónicos, blanqueantes ópticos, fosfonatos, activadores de blanqueo, polímeros e inhibidores de espumación y que se ha fabricado por el procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones de 1 a 7.
- 45 9. Detergente o producto de limpieza en forma granulada, líquida, de tipo gel o comprimida (prensada), que contiene del 1 al 99 % en peso de un combinado (compound) de detergente o producto de limpieza fabricado con arreglo al procedimiento según una de las reivindicaciones de 1 a 7.