

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 563 202**

51 Int. Cl.:

C11D 3/33 (2006.01)

C11D 11/00 (2006.01)

C11D 17/00 (2006.01)

C07C 229/12 (2006.01)

C07C 229/24 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **27.12.2010 E 10813064 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **02.12.2015 EP 2519621**

54 Título: **Sólido que contiene ácido glutámico-ácido N,N-diacético o una sal del mismo así como procedimiento para su preparación**

30 Prioridad:

30.12.2009 DE 102009060814

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

11.03.2016

73 Titular/es:

**BASF SE (100.0%)
67056 Ludwigshafen, DE**

72 Inventor/es:

BARANYAI, ANDREAS

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 563 202 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

Sólido que contiene ácido glutámico-ácido N,N-diacético o una sal del mismo así como procedimiento para su preparación

5 El ácido glutámico-ácido N,N-diacético (GLDA) así como sales del mismo son de gran interés como complejantes para iones de metales alcalinotérreos y pesados en los más diversos campos de aplicación técnica, tal como se describe, por ejemplo, en el documento DE 196 49 681 A1 y en el documento WO 2009/103822.

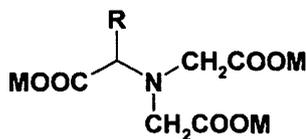
Los complejantes para iones de metales alcalinotérreos y pesados, tal como se emplean, por ejemplo, en agentes de lavado y limpieza, se sintetizan habitualmente en solución acuosa. Para determinados casos de aplicación se necesitan en forma sólida.

10 Los procedimientos habituales para la preparación de sólidos a partir de soluciones son, en particular, procedimientos de cristalización y secado por pulverización. Es sabido que el sólido cristalino, tal como se produce, por ejemplo, en procedimientos de evaporación o cristalización por refrigeración, puede contener agua de almacenamiento que el sólido amorfo. Mediante procedimientos de secado por pulverización (por ejemplo, en la
15 torre de pulverización o en el lecho fluidizado de pulverización), por el contrario, el sólido se obtiene en forma amorfa. En esta forma, el sólido con frecuencia es muy higroscópico y con almacenamiento abierto en las condiciones del entorno en el intervalo de poco tiempo pierde la susceptibilidad de corrimiento. Por ello, en la bibliografía se describen medidas para aumentar la estabilidad en almacenamiento de polvo de pulverización, por ejemplo, la compactación o el tratamiento posterior de soportes para agentes de lavado con ácido benzoico en el
20 documento US 3.932.316.

El objetivo de la presente invención era facilitar un sólido que contuviese ácido glutámico-ácido N,N-diacético (GLDA) y/o sales del mismo y que presentase, por ejemplo, para un procesamiento y una aplicación, preferentemente una higroscopía lo suficientemente reducida.

25 La presente invención se refiere a un sólido que presenta, por ejemplo, para un procesamiento y una aplicación, preferentemente una higroscopía suficientemente reducida, que comprende los siguientes constituyentes:

- a. un núcleo que contiene ácido glutámico-ácido N,N-diacético (GLDA) y/o una sal del mismo (en particular ácido glutámico-ácido N,N-diacético (GLDA) y/o una sal del mismo) y
- b. una envuelta que contiene un compuesto (o varios compuestos distintos) de la Fórmula general I



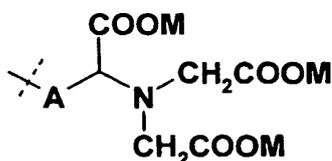
(I)

30 en la que

R se refiere a alquilo de C₁ a C₃₀ o alqueno de C₂ a C₃₀, que llevan adicionalmente como sustituyentes hasta 5 grupos hidroxilo, grupos formilo, grupos alcoxi C₁ a C₄, grupos fenoxi o grupos alcoxi-C₁ a C₄-carbonilo y pueden estar interrumpidos por hasta 5 átomos de oxígeno no adyacentes, a agrupaciones de alcoxilato de Fórmula

35 $-(\text{CH}_2)_k-\text{O}-(\text{A}^1\text{O})_m-(\text{A}^2\text{O})_n-\text{Y}$

en la que A¹ y A² se refieren, independientemente entre sí, a grupos 1,2-alqueno con 2 a 4 átomos de C, Y a hidrógeno, alquilo C₁ a C₁₂, fenilo o alcoxi-C₁ a C₄-carbonilo y k se refiere al número 1, 2 o 3 así como m y n, respectivamente de forma independiente entre sí, a números de 0 a 50, teniendo que ascender la suma de m + n al menos a 4, a grupos fenilalquilo con 1 a 20 átomos de C en el alquilo, un anillo heterocíclico saturado o insaturado de cinco o seis miembros con hasta tres heteroátomos del grupo nitrógeno, oxígeno y azufre que
40 adicionalmente puede estar benzanelado, pudiendo llevar todos los núcleos de fenilo y anillos heterocíclicos mencionados en los significados para R también adicionalmente como sustituyentes hasta tres grupos alquilo C₁ a C₄, grupos hidroxilo, grupos carboxilo, grupos sulfuro y/o grupos alcoxi-C₁ a C₄-carbonilo, o a un resto de Fórmula



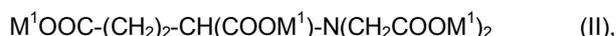
45 indicando A un puente alqueno C₁ a C₁₂ o un enlace químico y

cada M independientemente entre sí representa hidrógeno, metal alcalino, metal alcalinotérreo, amonio o amonio sustituido (por ejemplo, sales de amina orgánica) en las correspondientes cantidades estequiométricas (en particular, cada M representa, independientemente entre sí, hidrógeno, metal alcalino, amonio o amonio sustituido (por ejemplo, sales de amina orgánica) en las correspondientes cantidades estequiométricas).

5 Además, la presente invención se refiere a un procedimiento para la preparación del sólido de acuerdo con la invención que está caracterizado porque como germen se dispone un sólido que contiene (o que está compuesto de) ácido glutámico-ácido N,N-diacético (GLDA) y/o una sal del mismo (en particular ácido glutámico-ácido N,N-diacético (GLDA) y/o una sal del mismo) y se lleva a cabo una granulación por pulverización o un revestimiento (preferentemente en una instalación de lecho fluidizado) con al menos un compuesto de Fórmula I.

10 Si el material del núcleo (que contiene ácido glutámico-ácido N,N-diacético (GLDA) y/o una sal del mismo) se emplea como polvo, entonces este polvo en la granulación por pulverización preferentemente en primer lugar se adhiere por el material de envuelta (que contiene un compuesto de Fórmula general I) hasta dar partículas de mayor tamaño (granulación), antes de que las mismas se revistan (envuelvan) por el material de envuelta. Si el material de núcleo se dispone en forma de granulados de mayor tamaño, entonces estos granulados en la granulación por pulverización preferentemente se revisten (revestimiento) directamente con el material de envuelta.

15 Preferentemente, el ácido glutámico-ácido N,N-diacético (GLDA) y/o la sal es un compuesto de Fórmula (II)



siendo M¹ hidrógeno, amonio o un metal alcalino (por ejemplo, sodio, potasio) y/o una amina orgánica (sal de amina orgánica). En particular se prefiere la forma L del mismo. Además se prefiere la sal sódica.

20 En particular se prefieren compuestos de Fórmula I, tal como están descritos en el documento DE 196 49 681.

En el procedimiento de la presente invención se ponen y fluidizan polvo y/o granulados del material de núcleo de una forma en sí habitual como capa previa (gérmenes) en una instalación adecuada en sí conocida (preferentemente una instalación de granulación por pulverización de lecho fluidizado, por ejemplo, de tipo AGT 400 de la empresa Glatt). A este respecto se prefieren tamaños de partícula de 30 µm- 300 µm (en particular de 50 µm- 200 µm) para la granulación y de 200 µm- 1000 µm (en particular de 300 µm- 1000 µm) para el revestimiento.

25 Preferentemente, el material de núcleo (material que contiene GLDA) es material seco, es decir, en particular el material de núcleo presenta un contenido de agua de menos del 10 % (en particular de menos del 5 %).

Preferentemente, el material de núcleo (material que contiene GLDA) se prepara de forma en sí habitual mediante cristalización, secado por pulverización o mediante granulación de lecho fluidizado.

30 Los gérmenes se mantienen en una capa fluidizada en un estado flotante (fluidización) y forman la superficie para un secado por capas de gotas pulverizadas, que contienen al menos un compuesto de Fórmula I. Las partículas generadas de este modo en la preparación a través de una granulación se pueden retirar de manera continua por una descarga clasificadora de forma flexible, por ejemplo con tamaños de partícula libremente ajustables, sin una interrupción del procedimiento de secado del espacio de secado. En la preparación mediante mero revestimiento se prefiere un funcionamiento discontinuo.

35 En cuanto al procedimiento de granulación por pulverización véase, por ejemplo: H. Uhlemann, L. Mörl, "Wirbelschicht - Sprühgranulation" Springer - Verlag 2000 (ISBN 3-540-66985-X).

40 El procedimiento de la presente invención está caracterizado porque un sólido que contiene ácido glutámico-ácido N,N-diacético (GLDA) y/o una sal del mismo se dispone como germen y después de forma en sí habitual se lleva a cabo una granulación por pulverización/revestimiento con al menos un compuesto de Fórmula I que está presente preferentemente en solución (en particular en solución acuosa, preferentemente de forma aproximada al 35-43 %, de forma particularmente preferente aproximadamente al 35-42 %, en particular preferentemente de forma aproximada al 40 %).

Preferentemente se lleva a cabo una granulación por pulverización/revestimiento con los siguientes parámetros:

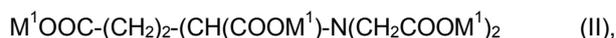
45 temperatura de aire de entrada preferente: 90-160 °C,
temperatura de producto preferente: 50-120 °C,
temperatura de aire de salida preferente: 40-110 °C,
temperatura preferente de la alimentación 40-100 °C.

50 En el procedimiento de acuerdo con la invención se pulveriza, por ejemplo, materia prima líquida (por ejemplo, una solución acuosa a del 35 al 43 %, preferentemente al 35-42 %, en particular al 40 % de un compuesto de Fórmula I) sobre los gérmenes fluidizados en la corriente de aire caliente (que contienen ácido glutámico-ácido N,N-diacético (GLDA) y/o una sal del mismo) que por ello se seca y los gérmenes se recubren (revisten) o granulan y a continuación se revisten.

La instalación de lecho fluidizado preferentemente es un granulador de pulverización de lecho fluidizado que está equipado, por ejemplo, con un ciclón y/o un filtro y/o un dispositivo de lavado en húmedo.

En el presente documento se denomina en particular un sólido como no higroscópico o suficientemente poco higroscópico que con almacenamiento abierto en condiciones del entorno normales, por ejemplo, 25 °C y una humedad relativa del aire del 76 %, conserva a lo largo de un periodo de tiempo de al menos un día, preferentemente una semana, su consistencia como polvo o granulado (preferentemente susceptible de corrimiento).

El núcleo del sólido de acuerdo con la invención contiene ácido glutámico-ácido N,N-diacético (GLDA) y/o una sal del mismo, preferentemente un compuesto de Fórmula general (II):



siendo M¹ hidrógeno, amonio, una amina orgánica o un metal alcalino (preferentemente sodio). De forma particularmente preferente, el núcleo contiene sal tetrasódica de ácido L-glutámico-ácido N,N-diacético (C₉H₉NO₈Na₄, por ejemplo CAS N.º: 51981-21-6). Preferentemente, el material de núcleo contiene Dissolvine® GL de la empresa Akzo Nobel.

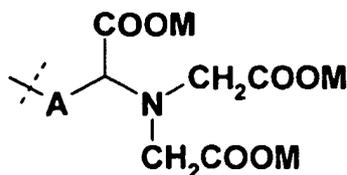
Dado el caso, el núcleo puede contener uno o varios complejantes adicionales para iones de metales alcalinotérreos y/o pesados tal como, por ejemplo, polímeros, tal como poliacrilatos o polímeros sulfonados (por ejemplo, multipolímero sulfonado tal como Acusol 588 de la empresa Room and Haas (Dow)) o ácido etilendiamintetracético (EDTA, por ejemplo, Dissolvine NA de la empresa Akzo Nobel), en particular como sal tetrasódica.

De forma particularmente preferente, el núcleo contiene un granulado de GLDA o co-granulado (es decir, un granulado con coadyuvantes que facilitan la granulación de GLDA, por ejemplo, policarboxilatos).

En el contexto de la presente invención, el término GLDA indica preferentemente ácido glutámico-ácido N,N-diacético o una de las sales descritas en el presente documento (por ejemplo, la sal tetrasódica).

El sólido preparado de acuerdo con la invención comprende como envuelta preferentemente en esencia compuestos de Fórmula I, pudiendo estar presentes adicionalmente reducidas cantidades de productos de partida y/o secundarios de la preparación de los compuestos de Fórmula I. Las purezas habituales para los compuestos I se encuentran, en función del procedimiento aplicado de síntesis, en del 70 al 99,9 % de peso, en particular del 80 al 99,5 % en peso, respectivamente en relación con el contenido de sólidos.

En la presente invención son adecuados preferentemente aquellos compuestos de Fórmula I en los que R se refiere a alquilo de C₁ a C₂₀, alqueno de C₂ a C₂₀ o un resto de Fórmula



De forma particularmente preferente se emplean como compuesto de Fórmula I ácido α-alanina-N,N-diacético (R = CH₃, MGDA) y sus sales. Preferentemente se emplean, por ejemplo, sus sales de metal alcalino, amonio y amonio sustituido.

Como tales sales son adecuadas, sobre todo, las sales de sodio, potasio y amonio, en particular la sal trisódica, tripotásica y triamónica así como sales de triamina orgánicas con un átomo de nitrógeno terciario.

Como bases en las que se basan las sales de amina orgánicas se consideran, en particular, aminas terciarias, tales como trialquilaminas con 1 a 4 átomos de C en cada alquilo, tal como trimetil- y trietilamina y trialcanolaminas con 2 o 3 átomos de C en el resto alcohol, preferentemente trietanolamina, tri-n-propanolamina o triisopropanolamina.

Como sales de metales alcalinotérreos se emplean, en particular, las sales de calcio y magnesio.

Aparte del metilo, para el resto R se consideran como restos alqu(en)ilo de cadena lineal o ramificados sobre todo alquilo y alqueno de C₂ a C₁₇, en este caso en particular restos derivados de ácidos grasos saturados o insaturados de cadena lineal.

Son ejemplos de restos R individuales: etilo, n-propilo, iso-propilo, n-butilo, iso-butilo, sec-butilo, terc-butilo, n-pentilo, iso-pentilo, terc-pentilo, neopentilo, n-hexilo, n-heptilo, 3-heptilo (derivado de ácido 2-etilhexanoico), n-octilo, iso-octilo (derivado de ácido iso-nonanoico), n-nonilo, n-decilo, n-undecilo, n-dodecilo, iso-dodecilo (derivado de ácido iso-tridecanoico), n-tridecilo, n-tetradecilo, n-pentadecilo, n-hexadecilo, n-heptadecilo, n-octadecilo, n-nonadecilo, n-eicosilo y n-heptadecenilo (derivado de ácido oleico). Para R pueden aparecer también mezclas, en particular aquellas que se derivan de ácidos grasos de origen natural y de ácidos técnicos generados de forma

sintética, por ejemplo, mediante oxosíntesis.

5 Como puentes alquileo C_1 a C_{12} A sirven, sobre todo, agrupaciones de polimetileno de Fórmula $(CH_2)_k$, en la que k indica un número de 2 a 12, en particular de 2 a 8, es decir, 1,2-etileno, 1,3-propileno, 1,4-butileno, pentametileno, hexametileno, heptametileno, octametileno, nonametileno, decametileno, undecametileno y dodecametileno. En este caso se prefieren en particular hexametileno, octametileno, 1,2-etileno y 1,4-butileno. Pero aparte pueden aparecer también grupos alquileo C_3 a C_{12} ramificados, por ejemplo, $-CH_2CH(CH_3)CH_2-$, $-CH_2C(CH_3)_2CH_2-$, $CH_2CH(C_2H_5)-$ o $CH_2CH(CH_3)-$.

10 Los grupos alquilo C_1 a C_{30} y alqueno C_2 a C_{30} pueden llevar hasta 5, en particular hasta 3 sustituyentes adicionales del tipo mencionado y estar interrumpidos por hasta 5, en particular hasta 3 átomos de oxígeno no adyacentes. Son ejemplos de tales grupos alqu(en)ilo sustituidos $-CH_2OH$, $-CH_2CH_2OH$, $-CH_2CH_2-O-CH_3$, $-CH_2CH_2-O-CH_2CH_2-O-CH_3$, $-CH_2-O-CH_2CH_3$, $-CH_2-O-CH_2CH_2-OH$, $-CH_2-CHO$, $-CH_2-OPh$, $-CH_2-COOCH_3$ o $-CH_2CH_2-COOCH_3$.

15 Como agrupaciones alcoxi(lato) se consideran en particular aquellas en las que m y n se refieren, respectivamente de forma independientemente entre sí, a números de 0 a 30, sobre todo de 0 a 15. A^1O y A^2O se refieren, preferentemente, a grupos derivados de óxido de butileno y sobre todo de óxido de propileno y de óxido de etileno. Son de particular interés etoxilatos puros y propoxilatos puros, pero también pueden aparecer estructuras de bloques de óxido de etileno-óxido de propileno.

Como anillos heterocíclicos insaturados o saturados de cinco o seis miembros con hasta tres heteroátomos del grupo nitrógeno, oxígeno y azufre que adicionalmente pueden estar benzanelados y sustituidos por los restos indicados, se consideran, por ejemplo:

20 tetrahydrofurano, furano, tetrahydrotiofeno, tiofeno, 2,5-dimetiltiofeno, pirrolidina, pirrolina, pirrol, isoxazol, oxazol, tiazol, pirazol, imidazolina, imidazol, 1,2,3-triazolidina, 1,2,3- y 1,2,4-triazol, 1,2,3-, 1,2,4- y 1,2,5-oxadiazol, tetrahidropirano, dihidropirano, 2H- y 4H-pirano, piperidina, 1,3- y 1,4-dioxano, morfolina, pirazano, piridina, α -, β - y γ -picolina, α - y γ -piperidona, pirimidina, piridazina, pirazina, 1,2,5-oxatiazina, 1,3,5-, 1,2,3- y 1,2,4-triazina, benzofurano, tionafteno, indolina, indol, isoindolina, benzoxazol, indazol, benzimidazol, cromano, isocromano, 2H- y 4H-cromeno, quinolina, isoquinolina, 1,2,3,4-tetrahydroisoquinolina, cinnolina, quinazolina, quinoxalina, ftalazina y benzo-1,2,3-triazina.

25

Las agrupaciones N-H en los anillos heterocíclicos mencionados deben estar presentes en la medida de lo posible en forma derivatizada, por ejemplo como agrupación N-alquilo (por ejemplo con 1 a 12 átomos de C).

30 En las sustituciones en los núcleos de fenilo o los anillos heterocíclicos aparecen preferentemente dos sustituyentes (iguales o distintos) o en particular un único sustituyente.

Son ejemplos de grupos fenilalquilo dado el caso sustituidos y grupos alquilo que llevan anillos heterocíclicos para R bencilo, 2-feniletilo, 3-fenilpropilo, 4-fenilbutilo, o-, m- o p-hidroxibencilo, o-, m- o p-carboxilbencilo, o-, m- o p-sulfobencilo, o-, m- o p-metoxi o -etoxicarbonilbencilo, 2-furilmetilo, n-metilpiperidin-4-ilmetilo o 2-, 3- o 4-piridinilmetilo.

35 Para la sustitución en los núcleos de fenilo y también en anillos heterocíclicos se emplean preferentemente grupos que otorgan solubilidad en agua, tales como grupos hidroxilo, grupos carboxilo o grupos sulfuro.

Como ejemplos de los grupos alquilo C_1 a C_4 , C_1 a C_{12} y C_1 a C_{20} que se han mencionado se ha de entender también los correspondientes restos que se han indicado anteriormente para R.

40 El sólido de acuerdo con la invención es adecuado en un grado particular como componente para formulaciones de agente de lavado y limpieza sólidas. Por tanto, también son objeto de la presente invención formulaciones de agente de lavado y limpieza sólidas que contienen el sólido de acuerdo con la invención como complejante para iones de metales alcalinotérreos y pesados en las cantidades habituales para esto aparte de otros constituyentes habituales de tales formulaciones. Las composiciones y los constituyentes habituales de tales formulaciones de agente de lavado y limpieza sólidas son conocidas por el experto y, por tanto, no se tienen que explicar en este caso con mayor detalle.

45

El siguiente ejemplo ha de explicar con mayor detalle la invención. Como compuesto I se empleó la sal trisódica de ácido α -alanina-N,N-diacético (ácido metilglicin-N,N-diacético, "MGDA").

Ejemplos

50 Los siguientes procedimientos se llevaron a cabo en una instalación de granulación por pulverización de lecho fluidizado piloto del tipo AGT 400 de la empresa Glatt que estaba equipada con un ciclón, un filtro y un dispositivo de lavado en húmedo.

Ejemplo 1

El objetivo de este ensayo era revestir granulados de GLDA con Trilon M líquido (BASF). El tamaño de grano objetivo se encontraba en 200-1000 µm.

Realización del ensayo y resultados

- 5 Se calentó Trilon M líquido a 90-95 °C y se pulverizó sobre el granulado de GLDA dispuesto previamente. Se obtuvieron granulados en el espectro de grano deseado. La fracción de grano superior se tamizó a través de un tamiz de 1000 µm.

En los siguientes parámetros del procedimiento se pudo llevar a cabo de forma estable el revestimiento:

- 10 Temperatura de aire de entrada 140 °C
Cantidad de aire de entrada: 1400 m³/h
Temperatura de producto 100-104 °C
Temperatura de aire de salida: 98-101 °C
Presión de pulverización: 2,0 bar
15 Velocidad de pulverización: aproximadamente 350-450 g/min
Recipiente de capa previa: 90 °C

Después del ajuste de los parámetros del procedimiento que se han mencionado anteriormente se pudo conseguir un procedimiento estable.

Gracias a un cribado de protección posterior a través de 1000 µm se pudieron separar 15,9 kg de granulado. La fracción de grano superior ascendió a 6,0 kg.

20 Ejemplo 2

El objetivo de este ensayo era revestir co-granulados de GLDA y un polímero (homopolímero Sokalan PA 30 CL (BASF)) con Trilon M Liquid. Tamaño de grano objetivo de los granulados revestidos: 200-1000 µm.

- 25 Se calentaron 10 kg de Trilon M líquido a 90-95 °C y se pulverizaron sobre el co-granulado dispuesto previamente (15 kg). Se obtuvieron granulados con el espectro de grano deseado. La fracción de grano superior se tamizó a través de un tamiz de 1000 µm.

Con los siguientes parámetros de procedimiento se pudo llevar a cabo de forma estable el revestimiento:

- 30 Temperatura de aire de entrada 130-140 °C
Cantidad de aire de entrada: 1200 m³/h
Temperatura de producto 104-106 °C
Temperatura de aire de salida: 100-102 °C
Presión de pulverización: 2,0 bar
Velocidad de pulverización: aproximadamente 100-150 g/min
Recipiente de capa previa: 95 °C

Se prepararon las siguientes cantidades de ejemplo:

- 35 17,0 kg de granulado (tamizado a través de 1000 µm). La fracción de grano superior se encontraba en 5,1 kg.

Después del ajuste de los parámetros de procedimiento que se han mencionado anteriormente se pudo conseguir un procedimiento estable.

Ejemplo 3

- 40 El objetivo de este ensayo era revestir co-granulados de GLDA y un polímero (homopolímero Sokalan PA 30 CL (BASF)) con Trilon M Liquid. Tamaño de grano objetivo de los granulados revestidos: 200-1000 µm.

Se calentaron 20 kg de Trilon M líquido a 90-95 °C y se pulverizaron sobre el co-granulado dispuesto previamente (15 kg). Se obtuvieron granulados en el espectro de grano deseado. La fracción de grano superior se tamizó a través de un tamiz de 1000 µm.

Con los siguientes parámetros de procedimiento se pudo llevar a cabo de forma estable el revestimiento:

- 45 Temperatura de aire de entrada 130-140 °C
Cantidad de aire de entrada: 1200 m³/h
Temperatura de producto 104-106 °C
Temperatura de aire de salida: 100-102 °C
Presión de pulverización: 2,0 bar
50 Velocidad de pulverización: aproximadamente 100-150 g/min

ES 2 563 202 T3

Recipiente de capa previa: 95 °C

Se prepararon las siguientes cantidades de ejemplo:

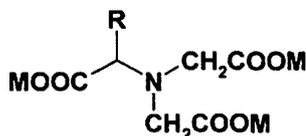
20,3 kg de granulado (tamizado a través de 1000 μm). La fracción de grano superior se encontraba en 5,2 kg.

5 Después del ajuste de los parámetros de procedimiento que se han mencionado anteriormente se pudo conseguir un procedimiento estable.

REIVINDICACIONES

1. Sólido que comprende los siguientes constituyentes:

- a. un núcleo que contiene ácido glutámico-ácido N,N-diacético y/o una sal del mismo y
- b. una envuelta que contiene un compuesto de la Fórmula general I



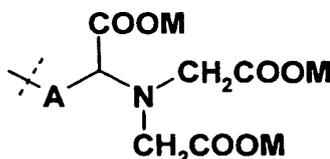
(I)

en la que

R representa alquilo de C₁ a C₃₀ o alquenilo de C₂ a C₃₀, que llevan adicionalmente como sustituyentes hasta 5 grupos hidroxilo, grupos formilo, grupos alcoxi C₁ a C₄, grupos fenoxi o grupos alcoxi-C₁ a C₄-carbonilo y pueden estar interrumpidos por hasta 5 átomos de oxígeno no adyacentes, representa agrupaciones de alcoxilato de Fórmula



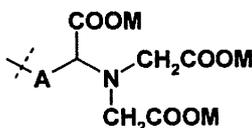
en la que A¹ y A² designan, independientemente entre sí, grupos 1,2-alquileo con 2 a 4 átomos de C, Y significa hidrógeno, alquilo C₁ a C₁₂, fenilo o alcoxi-C₁ a C₄-carbonilo y k representa el número 1, 2 o 3 así como m y n, en cada caso de forma independiente entre sí, representan números de 0 a 50, teniendo que ascender la suma de m + n al menos a 4, representan grupos fenilalquilo con 1 a 20 átomos de C en el alquilo, un anillo heterocíclico saturado o insaturado de cinco o seis miembros con hasta tres heteroátomos del grupo de nitrógeno, oxígeno y azufre que adicionalmente puede estar benzanelado, pudiendo llevar todos los núcleos de fenilo y anillos heterocíclicos mencionados en los significados para R también adicionalmente como sustituyentes hasta tres grupos alquilo C₁ a C₄, grupos hidroxilo, grupos carboxilo, grupos sulfo y/o grupos alcoxi-C₁ a C₄-carbonilo, o representan un resto de Fórmula



indicando A un puente alquileo C₁ a C₁₂ o un enlace químico y

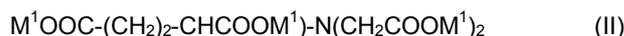
cada M independientemente entre sí significa hidrógeno, metal alcalino, metal alcalinotérreo, amonio o amonio sustituido (por ejemplo, sales de amina orgánica) en las correspondientes cantidades estequiométricas.

2. Sólido de acuerdo con la reivindicación 1, en donde R representa alquilo C₁ a C₂₀, alquenilo C₂ a C₂₀ o un resto de Fórmula



3. Sólido de acuerdo con las reivindicaciones 1 o 2, estando compuesta la envuelta en esencia de ácido α-alanina-N,N-diacético (MGDA) o sus sales de metal alcalino, amonio o amina sustituida.

4. Sólido de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 3, siendo el ácido glutámico-ácido N,N-diacético (GLDA) y/o la sal un compuesto de Fórmula (II)



siendo M¹ hidrógeno, amonio y/o un metal alcalino o una amina orgánica.

5. Procedimiento para la preparación de un sólido de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado porque** como germen se dispone un sólido que contiene ácido glutámico-ácido N,N-diacético (GLDA) y/o una sal del mismo y se lleva a cabo una granulación por pulverización con al menos un compuesto de Fórmula I.

6. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 5, **caracterizado porque** para la granulación por pulverización se usa una solución acuosa de un compuesto de Fórmula I.

7. Formulaciones de agente de lavado y limpieza sólidas que contienen un sólido de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 4 como complejante para iones de metales alcalinotérreos y pesados.