

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 616 567**

51 Int. Cl.:

C11D 3/40 (2006.01)

C11D 3/10 (2006.01)

C11D 7/12 (2006.01)

C11D 11/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **17.09.2003 PCT/EP2003/010343**

87 Fecha y número de publicación internacional: **08.04.2004 WO04029189**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **17.09.2003 E 03753424 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **15.02.2017 EP 1543099**

54 Título: **Método para colorear carbonato de sodio y su uso en formulaciones de agentes de limpieza y detergentes**

30 Prioridad:

18.09.2002 DE 10243329

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

13.06.2017

73 Titular/es:

**BK GIULINI GMBH (100.0%)
GIULINISTR. 2
67065 LUDWIGSHAFEN, DE**

72 Inventor/es:

**STAFFEL, THOMAS;
STRAUB, JÜRGEN;
METZ, ANGELIKA;
KAFFENBERGER, WALTER y
RAAB, GÜNTER**

74 Agente/Representante:

SÁEZ MAESO, Ana

ES 2 616 567 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

Método para colorear carbonato de sodio y su uso en formulaciones de agentes de limpieza y detergentes

El objeto de la presente invención es un método para colorear carbonato de sodio anhidro y su uso como aditivo estético y detergente en formulaciones de agentes de limpieza y detergentes.

5 Se conocen desde hace tiempo métodos para colorear y el uso de componentes de agentes detergentes coloreados.

10 En la industria de los agentes de limpieza y detergentes, los productos de color se han ido volviendo cada vez más importantes para los consumidores en los últimos tiempos, puesto que estos quieren obtener productos que, junto con un efecto de limpieza mejorado, satisfagan una exigencia estética adicional y hagan que los productos de distintos fabricantes se vuelvan más distintivos.

Así, se emplean, p. ej., polifosfatos, particularmente el tripolifosfato de sodio (STPP), en agentes de limpieza, p. ej., en detergentes en polvo o en productos para el lavado de la vajilla. Estos compuestos se incorporaron en las formulaciones de los agentes detergentes en forma de granulados no brillantes o partículas redondas.

15 En US 4.097.418 se colorean, en un mezclador, sales alcalinas inorgánicas e hidratables seleccionadas del grupo de tripolifosfatos, pirofosfatos, ortofosfatos y mezclas de los mismos junto con un agente tensioactivo, p. ej., el dodecibencenosulfonato de sodio y el colorante o el pigmento de color correspondiente. En este caso, se emplean colorantes o pigmentos de color que forman una pasta o una suspensión con el agente tensioactivo. Esta suspensión de agente tensioactivo/colorante se mezcla después con el fosfato en el dispositivo de mezcla correspondiente. De ello se obtienen granulados coloreados sueltos con un tamaño de partícula determinado.

20 Se mencionó la idoneidad del carbonato de sodio como partícula para colorear.

25 En la solicitud WO-00/27980 se describe una formulación de agente detergente que contiene partículas coloreadas sólidas que tienen un denominado «índice de transparencia» de al menos un 5 % y un «índice de brillo» de al menos un 5 %. Como partículas de color se pueden utilizar sales inorgánicas hidratadas y cristalinas, ácidos orgánicos cristalinos, agentes tensioactivos cristalinos, sacáridos o sus mezclas (página 5, línea 25 y ss.). Se utiliza preferentemente un citrato de trisodio dihidratado cristalino de color.

Los inventores consideran que la ventaja de utilizar las sales cristalinas es que se necesita menos colorante debido a la naturaleza superficial de los cristales. El proceso de coloración puede tener lugar tanto en un medio acuoso como en un medio no acuoso, siendo innecesario en este último un secado posterior y, por tanto, resultando este preferible.

30 En este caso, la coloración tiene lugar en un dispositivo de mezcla, en donde el citrato de sodio se mezcla con la pasta colorante. Después del secado aparecen las partículas de citrato de sodio coloreadas con una proporción de colorante de 1000 ppm.

35 En DE 100 48 875 se describe un método para fabricar partículas de agente de limpieza y detergente coloreadas caracterizado por que el agente colorante se añade a los ingredientes en forma de solución en una mezcla disolvente de agua y, al menos, un disolvente orgánico polar.

40 Entre las sustancias se encuentran, entre otros, los silicatos, todos los tipos de zeolitas, los fosfatos, y también los carbonatos y/o los carbonatos de hidrógeno. Se utilizan partículas según DE 39 26 253 A1, véase Ejemplos, página 10. En este caso, se comprobó que, utilizando una mezcla disolvente formada por agua y un disolvente orgánico polar, se puede alcanzar una aplicación de color uniforme en los componentes de partida de las partículas que producir y, con ello, una coloración uniforme de las partículas finales.

En este método, preferiblemente se consideran como colorantes aquellos que se pueden degradar oxidativamente en el proceso de lavado, así como mezclas de los mismos con los colorantes azules adecuados, los denominados azulantes. El agente detergente producido mediante este método debería teñirse de forma que estos no

ES 2 616 567 T3

desarrollen ninguna afinidad demasiado fuerte respecto a las superficies textiles y, en este caso, particularmente, respecto a las fibras artificiales, página 2 líneas 56 y ss.

A pesar de que en DE 100 48 875 se mencionan los carbonatos de sodio y/o los carbonatos de hidrógeno como sustancias que colorear, el método aquí presentado es desventajoso.

5 Por un lado, porque, en el método, el colorante se suministra a los ingredientes en forma de solución en una mezcla disolvente formada por agua y, al menos, un disolvente polar. Sin embargo, la mezcla disolvente se tiene que volver a procesar, es decir, posiblemente separar por destilación o eliminar de forma costosa después de su uso. Además, por motivos medioambientales, cuando se utilizan disolventes orgánicos se debe trabajar en un reactor cerrado. Al utilizar agua como medio de reacción se puede renunciar al uso de sistemas con dispositivos de protección frente a explosiones. Con ello, el método se vuelve menos complejo, más seguro para los empleados y económico.

En JP 10 298588 se presenta un método para producir un material granulado y coloreado que se utiliza como agente de limpieza para prótesis dentales.

15 La característica esencial de este método es que se utiliza el mezclador de alta velocidad adecuado y el tamaño de grano adecuado de los dos componentes, es decir, del componente que colorear y del colorante. Solo si este se sitúa en el intervalo de 10 a 50 μ se consigue en el mezclador que los dos componentes se adhieran el uno al otro y se cubran completamente [0011]. Según el Ejemplo 1, en el mezclador se mezcla un colorante, el C.I. Acid, con un tamaño de grano de 80 μ m, a una temperatura de 25 °C y a una humedad relativa del 60 % con carbonato de sodio anhidro con un tamaño de grano de menos de 300 μ m durante 4 horas. En el Ejemplo 2 se desarrolla el mismo método con polifosfato de sodio. Tanto el polifosfato de sodio como el carbonato de sodio granulados y coloreados son componentes del agente de limpieza.

El método descrito en JP 10 298588 se diferencia del método de la invención en que requiere utilizar un mezclador de alta velocidad y en que la coloración de los componentes tiene lugar en la fase sólida seca, así como en que es necesaria una granulometría de los dos componentes.

25 Por consiguiente, existía la tarea de proporcionar un método realmente sencillo y respetuoso con el medio ambiente para fabricar componentes para agentes detergentes y de limpieza coloreados.

En este aspecto, es deseable que las partículas de color de este tipo se desarrollen tanto para la industria de los agentes detergentes como para la industria de los agentes de lavado, es decir, tanto para fabricar polvos detergentes en el ámbito textil como para fabricar agentes de limpieza en polvo, por ejemplo, para máquinas lavavajillas automáticas.

Esta tarea se resuelve mediante las características de la reivindicación 1 independiente y mediante las características de las reivindicaciones dependientes.

El producto coloreado se presenta en forma de polvo seco que se retira del mezclador. En esta variante del método se utilizan colorantes hidrosolubles.

35 Según la invención, se utilizan los colorantes hidrosolubles de los tipos de compuesto de las quinolinas, los colorantes azoicos, los xantenos, los indigoides y las antraquinonas. No obstante, también se pueden utilizar otros pigmentos colorantes que, dependiendo de su solubilidad en agua, se pueden emplear, bien como soluciones acuosas, o bien como suspensiones acuosas.

40 La concentración de la solución colorante o de la suspensión colorante es de 0,1 a 4,9 % en peso, preferentemente, de 0,5 a 2,5 % en peso.

Estos colorantes son compatibles con la sosa anhidra, tanto en cuanto al pH como en cuanto a su estabilidad, también respecto a otros ingredientes de agentes detergentes y de limpieza, por ejemplo, decolorantes o blanqueadores ópticos, etc.

45 Por ello, las partículas de sosa coloreadas según la invención se pueden integrar sin problemas en cualquier preparación de agente detergente o de limpieza.

ES 2 616 567 T3

El carbonato de sodio anhidro que se utiliza según la invención para colorear se puede obtener en el mercado, por ejemplo, de Fa. Solvay. Se trata de un tipo calcinado especial con una capacidad máxima de absorción de agua de un 10 % en peso que corresponde como máximo a $\frac{1}{2}$ mol de contenido de agua de cristalización. El carbonato no es cristalino y no tiene brillo superficial, puesto que es principalmente amorfo.

- 5 Las partículas coloreadas se someten a un tamizado y se seleccionan solo aquellas que se encuentran en un espectro de partícula de 125 a 1000 μm , preferentemente, de 250 a 500 μm . Por ello, no es necesaria ninguna molienda, aglomeración o granulación posterior.

Mediante este proceso muy sencillo aparecen partículas de sosa con una coloración homogénea en una forma seca fluida. Durante el proceso de coloración se libera calor por el comportamiento exotérmico de la sosa anhidra.

- 10 Este calor resultante se aprovecha para secar el producto, por lo que no es necesario un secado posterior. El producto secado de esta forma tiene un contenido de agua de cristalización máximo de 0,5 mol. Este tipo de desarrollo del proceso es sencillo y económico.

Los siguientes ejemplos describen la invención más detalladamente sin limitarla.

Ejemplo 1

- 15 Se prepararon 1300 kg de sosa anhidra con un contenido de agua de cristalización de 0,5 en un mezclador de tipo reja de arado de Lödige. Se pulverizó uniformemente una solución de color acuosa con un 4 % en peso de rojo Fastusol mediante un sistema de toberas. En vez del rojo Fastusol, también se puede utilizar una suspensión de pigmentos acuosa, por ejemplo, de pigmento azul o verde, o verde Cosmenyl. En este proceso, el espacio del reactor se calienta hasta aprox. 50 a 60 °C debido a la reacción exotérmica de la sosa con la solución de color
- 20 acuosa o la suspensión de pigmentos. El producto coloreado se presenta ya seco, en forma de polvo suelto, en el lecho fluidizado y tiene un contenido de agua de cristalización máximo de 0,5 mol de agua. Posteriormente se tamiza. El producto tiene una pérdida por desecación de 8,02 %.

Espectro de tamaño de partícula del producto según la invención:

Tamaño de partícula en μm	Proporción de producto según la invención en %
> 1000	1,5
1000-500	19
500-250	39
250-125	34,5
125-63	5
< 63	1

Ejemplo 2

- 25 Se prepararon 2000 g de carbonato de sodio anhidro como materia prima y se calcinaron en forma de polvo seco en un mezclador. Se añadieron igualmente 4 g del colorante Basovit verde 876 en forma seca al mezclador y se mezclaron con el polvo de carbonato de sodio. Como grupo mezclador se utilizó un mezclador de reja de arado de Lödige. Durante la operación de mezcla se añadieron 196 g de agua lentamente. Después de un tiempo de mezcla de 2 min se retiró el producto. El producto se coloreó de forma homogénea y se presentaba en forma de polvo seco
- 30 y suelto.

ES 2 616 567 T3

Colorante	Concentración de la solución de color en %	Pérdida por desecación a 110 °C en %	Agua de cristalización (pérdida por desecación)	Color
naranja Vitasyn RGL 90	4,4	8,02	0,5	homogéneo
rojo Fastusol 53L	4,0	8,02	0,5	homogéneo
amarillo Basacid 094	4,4	7,94	0,5	homogéneo
verde Cosmenyl GG DLHK	4,0	8,52	0,5	homogéneo
rojo brillante Sandolan NB-G-125	2,9	8,6	0,5	homogéneo
azul Nylosan	2,72	8,1	0,5	homogéneo
azul Cosmenyl	4,54	8,9	0,5	homogéneo

REIVINDICACIONES

- 5 1. Método para colorear carbonato de sodio caracterizado por que se mezcla, en un dispositivo de mezcla, carbonato de sodio anhidro de la fórmula Na_2CO_3 con un colorante hidrosoluble en polvo en un dispositivo mezclador que está en funcionamiento de forma ininterrumpida, se le añade una cantidad de agua suficiente durante el mezclado y, posteriormente, se retira del mezclador en forma de polvo seco y suelto con un contenido de agua de cristalización máximo de 0,5, mol de agua.
2. Método según la reivindicación 1, caracterizado por que el producto coloreado se tamiza después de la coloración, de forma que se produce una granulometría de 125 μm a 1000 μm .
- 10 3. Método según las reivindicaciones 1 a 2, caracterizado por que se utilizan como colorantes hidrosolubles aquellos de los tipos de compuesto de las quinolinas, los colorantes azoicos, los xantenos, los indigoides y las antraquinonas.