

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 708 757**

51 Int. Cl.:

**C11D 11/02** (2006.01)

**B01J 2/04** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **03.09.2015 PCT/EP2015/070107**

87 Fecha y número de publicación internacional: **24.03.2016 WO16041778**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **03.09.2015 E 15770821 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **28.11.2018 EP 3194556**

54 Título: **Procedimiento para la producción de polvos de agente de lavado secados por pulverización**

30 Prioridad:

**18.09.2014 DE 102014218805**

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

**11.04.2019**

73 Titular/es:

**HENKEL AG & CO. KGAA (100.0%)**

**Henkelstrasse 67**

**40589 Düsseldorf, DE**

72 Inventor/es:

**ORLICH, BERNHARD;**

**ROEHR, DIRK;**

**LARSON, BERND;**

**RUPPRECHT, UDO;**

**HAMMELSTEIN, STEFAN y**

**MARKIEFKA, JOSEF**

74 Agente/Representante:

**ISERN JARA, Jorge**

ES 2 708 757 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

**DESCRIPCIÓN**

Procedimiento para la producción de polvos de agente de lavado secados por pulverización

5 La presente invención se refiere a un procedimiento para la producción de polvos de agente de lavado secados por pulverización de densidad reducida y peso aparente bajo. Además, la presente invención se refiere a polvos de agente de lavado que se han producido según el procedimiento de acuerdo con la invención.

10 El secado por pulverización es el procedimiento convencional para la producción de polvos de base de agente de lavado. Habitualmente, los ingredientes del agente de lavado se mezclan en una mezcladora con agua, produciéndose una suspensión acuosa. La suspensión resultante se conduce entonces a través de un sistema de conducción tubular hasta un sistema de bombeo compuesto por una o varias bombas (de alta presión) y después adicionalmente hasta una tobera de pulverización. En función del tipo de sistema y de las bombas usadas, entonces, la suspensión acuosa de agente de lavado se pulveriza a presión elevada a través de la tobera de pulverización a una torre de secado por pulverización, por lo que se seca y se obtiene un polvo secado por pulverización.

15 Los consumidores están habituados a dosificar una determinada cantidad de polvo de agente de lavado por ciclo de lavado. Si la densidad del polvo de agente de lavado es demasiado alta, por tanto, existe una tendencia a la sobredosificación. Por tanto, es deseable producir polvos de agente de lavado con una densidad reducida que aseguren una aplicación cómoda para el usuario.

20 En el estado de la técnica se sabe cómo introducir gas rico en nitrógeno en la suspensión de agente de lavado, por lo que se produce la formación de burbujas de gas en la suspensión acuosa. La incorporación del gas en la suspensión de agente de lavado tiene lugar, por ejemplo, en la mezcladora (mediante agitación vigorosa o un agitador de gasificación) o mediante el suministro entre la bomba de presión previa y de alta presión a presiones < 8 bar (documento WO 2013/181205 A1). Después de dejar salir la suspensión acuosa que contiene gas, que se encuentra a presión, a través de la tobera de pulverización a la torre de secado por pulverización se producen partículas que encierran burbujas de gas en su interior, por lo que se reduce la densidad y el peso aparente de las partículas. Otros procedimientos de secado por pulverización para la producción de agentes de lavado sólidos se describen en los documentos alemanes abiertos a inspección pública DE 25 19 655, DE 10 2005 063 064 A1, la solicitud internacional de patente WO 2013/181205 A1 y la solicitud de patente europea EP 763 594 A1.

25 Un problema técnico radica en la escasa eficacia con la que se puede encerrar el gas en la suspensión acuosa que se encuentra bajo presión. Debido a ligeras variaciones, que técnicamente no se pueden evitar, del nivel de presión generado por la o las bombas en el interior del sistema de conducción tubular, después de la introducción del gas en la suspensión acuosa de agente de lavado se producen irregularidades con respecto al contenido y la distribución del gas encerrado, lo que da como resultado a su vez irregularidades con respecto a la densidad, el tamaño y la forma de las partículas secadas por pulverización.

30 Por consiguiente, existe una necesidad de un procedimiento para la producción de polvos de agente de lavado con, para la comodidad del usuario, densidad reducida y densidad, así como tamaño de partícula regular.

35 Ahora se ha encontrado que la introducción de gas en una suspensión acuosa de agente de lavado directamente delante de un o directamente a un amortiguador de pulsación (cámara de aire) en una conducción tubular, que está pospuesta a una bomba de alta presión, da como resultado una homogeneización mejorada de las burbujas de gas introducidas en la suspensión acuosa de agente de lavado.

40 Por tanto, el objeto de la presente invención es un procedimiento para la producción de polvo de agente de lavado secado por pulverización, comprendiendo el procedimiento las siguientes etapas:

- 50
- a) producción de una suspensión acuosa de agente de lavado en una mezcladora,
  - b) traspaso de la suspensión acuosa de agente de lavado desde la mezcladora a un sistema de conducción tubular, que conduce a una bomba de alta presión y desde la bomba a una tobera de pulverización,
  - 55 c) introducción de gases en la suspensión acuosa de agente de lavado que se encuentra en el sistema de conducción tubular en un punto pospuesto a la bomba de alta presión delante de un o directamente a un amortiguador de pulsación (cámara de aire),
  - d) pulverización de la suspensión acuosa de agente de lavado que contiene gas a través de la tobera de pulverización a una torre de pulverización y
  - 60 e) secado por pulverización de la suspensión de agente de lavado que contiene gas para obtener un polvo de agente de lavado secado por pulverización.

Otro objeto de la presente invención es, además, un polvo de agente de lavado secado por pulverización, que se ha producido mediante el procedimiento de acuerdo con la invención.

65 Los polvos de agente de lavado de la presente invención se pueden usar como agente de lavado o de limpieza o se pueden emplear en agentes de lavado o de limpieza.

"Al menos", tal y como se usa en el presente documento en relación con un valor numérico, hace referencia a exactamente este valor numérico o superior. Por lo tanto, "al menos uno" significa 1 o más, es decir, por ejemplo, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10 o más.

5 "Delante" tal y como se usa en el presente documento en relación con el procedimiento como definición espacial, significa aguas arriba visto desde un punto de referencia, es decir, en contra de la dirección de flujo de la suspensión.

10 "Detrás", tal y como se usa en el presente documento en relación con el procedimiento como definición espacial, significa aguas abajo visto desde un punto de referencia, es decir, en dirección de flujo de la suspensión.

15 Los agentes de lavado que se pueden producir en los procedimientos descritos en el presente documento comprenden todos los tipos concebibles de agentes de lavado sólidos para el empleo en la lavadora. A esto pertenecen por ejemplo agentes de lavado para materiales textiles, alfombras o fibras naturales, para los que se usa la denominación agentes de lavado. Además, también se pueden producir coadyuvantes de lavado que se dosifican en el lavado a máquina de materiales textiles al agente de lavado en sí para conseguir un efecto adicional, siempre que estén presentes en forma sólida. Asimismo quedan comprendidos agentes de limpieza sólidos.

20 Los polvos de agente de lavado que se describen en el presente documento son típicamente granulados. "Granulado", tal y como se usa en el presente documento, se refiere en general a una forma de confección sólida, que se compone de muchas pequeñas partículas discretas sólidas o cuerpos de granulado (granulados, gránulos). Las partículas pueden estar compuestas por sustancias puras o mezclas de sustancias. Globalmente, las mismas se denominan granulado. Los granulados, por norma general, no presentan una forma geométrica armónica; su superficie puede ser más bien lisa, irregular o incluso dentada. La masa en muchos casos es más o menos porosa.  
25 Preferentemente se trata de granulados, cuyos cuerpos de granulado presentan un tamaño sustancialmente uniforme y/o aproximadamente una forma esférica.

30 El procedimiento para la producción de polvos de agente de lavado en el sentido de la presente invención se basa en la técnica, en general conocida en el estado de la técnica, de secado por pulverización en torre. A este respecto, la suspensión acuosa de agente de lavado, que es la base del agente de lavado que en cada caso se va a producir y que puede variar en su composición, se fabrica previamente en un recipiente para la mezcla (mezcladora). A través de un sistema conectado de conducción tubular, la suspensión producida se conduce hasta una tobera de pulverización, a través de la cual la suspensión bajo presión se deja salir a una torre de secado. La tobera de pulverización distribuye la suspensión acuosa de agente de lavado en forma de pequeñas partículas (de granulado),  
35 que durante esto se secan por pulverización y en el fondo de la torre de secado se amontonan y se acumulan. En el camino de la mezcladora hasta la torre de pulverización, la suspensión de agente de lavado atraviesa al menos una o varias bombas, que presionan la suspensión a presión aumentada a través de la conducción tubular pospuesta. En formas de realización preferentes, la presión en el sistema de conducción tubular entre la última bomba y la tobera de pulverización se encuentra en el intervalo de 10 - 80 bar. En el caso de la/las bombas se trata de al menos una bomba de alta presión. Para reducir la densidad de las partículas de granulado producidas, un gas se introduce en la suspensión acuosa de agente de lavado y, de hecho, después de que la misma haya atravesado la al menos una bomba de alta presión y, por consiguiente, se encuentra bajo presión.

45 La introducción se realiza en la conducción tubular directamente delante de un o directamente a un amortiguador de pulsación o una cámara de aire, que está dispuesto o dispuesta en la conducción tubular entre la bomba de alta presión y la tobera de pulverización y es adecuado o adecuada para la regulación de variaciones de presión. Esta cámara de aire es un recipiente a presión, que contiene gas, en particular aire, y que habitualmente sirve para compensar al menos en parte las variaciones debidas a la técnica del nivel de presión generado por la o las bombas en el interior del sistema de conducción tubular. La causa de estas variaciones de presión indeseadas son pulsaciones de la bomba. La introducción a través de esta cámara de aire, por tanto, tiene la ventaja de que en la siguiente zona del sistema de conducción tubular (en dirección de flujo) en dirección de la tobera de pulverización, las variaciones de presión disminuyen y, por tanto, se pueden reducir las irregularidades con respecto al contenido y la distribución del gas encerrado. Además, mediante la combinación de un amortiguador de pulsación y un equipo de introducción de gas en un único punto en el sistema de conducción tubular se pueden evitar fuentes de perturbación  
50 adicionales, que podrían tener como consecuencia cambios indeseados en el nivel de presión en el interior del sistema de conducción tubular y heterogeneidades resultantes a partir de esto de la suspensión acuosa de agente de lavado.

60 En general, el punto en el que se introduce el gas delante o directamente en la cámara de aire en la suspensión acuosa puede estar pospuesto directamente a la bomba de alta presión y estar ubicado lo más alejado posible de la tobera de pulverización. Esto es particularmente ventajoso también con respecto a la evitación de variaciones de presión. Por ello se garantiza un entremezclado lo más exhaustivo posible de la suspensión mezclada con gas en el camino desde el punto de introducción a través del sistema de conducción tubular hacia arriba hacia la tobera de pulverización, evitándose sustancialmente al mismo tiempo irregularidades en la distribución de gas en la suspensión debido a las variaciones de presión causadas por la bomba, de origen técnico.  
65

Las burbujas encerradas en la suspensión de este modo se pueden distribuir de la forma más uniforme posible, por lo que se pueden producir partículas de granulado secadas por pulverización de tamaño y densidad uniformes así como en general densidad menor. Por tanto, la presente invención permite ajustar mejor el tamaño y la densidad de la partícula secada por pulverización. Esto es importante precisamente en el caso de la combinación con otras partículas, para evitar la segregación de mezclas de partículas. Los polvos de agente de lavado producidos según este procedimiento, por tanto, en caso de una combinación ajustada con otras partículas, sirven para una menor segregación y una mayor homogeneidad de los agentes de lavado finales. Esto tiene también repercusiones para el consumidor, ya que con ello el rendimiento de lavado permanece estable a lo largo de tiempos más prolongados. También ópticamente el agente de lavado permanece durante más tiempo en el estado en el que ha sido adquirido por el cliente.

Así, el procedimiento de acuerdo con la invención para la producción de polvos de agente de lavado secados por pulverización incluye a) la producción de una suspensión acuosa de agente de lavado en una mezcladora, el b) traspaso de la suspensión acuosa de agente de lavado de la mezcladora a un sistema de conducción tubular, que conduce a una bomba de alta presión y desde la bomba a una tobera de pulverización, c) la introducción de gases en la suspensión acuosa de agente de lavado en la zona de la conducción tubular en un punto pospuesto a la bomba de alta presión delante de una o a una cámara de aire, la d) pulverización de la suspensión acuosa de agente de lavado que contiene gas a través de la tobera de pulverización, y e) el secado por pulverización de la suspensión de agente de lavado que contiene gas, por lo que se produce un polvo de agente de lavado secado por pulverización.

La producción de la suspensión acuosa de agente de lavado en la etapa a) se puede realizar en cualquier recipiente adecuado, tal como por ejemplo en una mezcladora, con procedimientos en sí conocidos en el estado de la técnica. La mezcladora puede ser una mezcladora vertical, una mezcladora de suspensión o un mecanismo de agitación en tanque. Las mezcladoras adecuadas así como su correspondiente uso se conocen en el estado de la técnica. La suspensión tiene preferentemente un contenido en agua de como máximo el 35 % en peso, es decir, los contenidos en sólidos son el 65 % en peso y más, en particular del 65 al 75 % en peso. La viscosidad de la suspensión se encuentra, en formas de realización preferentes, en al menos 10 Pa s, sin embargo, de forma particularmente preferente, claramente por encima de 10 Pa s. (viscosidad Brookfield, husillo 5, 10 rpm a 50 °C)

En la etapa b), la suspensión acuosa se conduce a través de un sistema de conducción tubular. El transporte de la suspensión se realiza a través de una o varias bombas, en particular al menos una bomba de alta presión, que bombea la suspensión a la tobera de pulverización. A la bomba de alta presión pueden estar antepuestas una o varias bombas adicionales. La primera bomba detrás de la mezcladora puede ser una bomba de baja presión, tal como por ejemplo una bomba que genera una presión de 3 a 10 bar. La bomba de alta presión pospuesta genera entonces una presión de 10 a 100 bar, típicamente de 10 a 80 bar. La suspensión opcionalmente se puede conducir también a través de un disgregador, pudiendo estar dispuesto el mismo delante o detrás de la bomba/las bombas, pero preferentemente entre 2 bombas.

Se prefiere que el procedimiento se lleve a cabo de forma continua.

En la etapa c) se introduce el gas en la suspensión, que se encuentra en el sistema de conducción tubular, en un punto pospuesto a la bomba de alta presión de la conducción tubular delante de una cámara de aire o directamente a la cámara de aire. En el caso del gas usado para la introducción en la suspensión acuosa de agente de lavado se puede tratar de un gas que contiene nitrógeno, en particular uno que contiene más del 50 % en volumen de nitrógeno, tal como por ejemplo aire. Con "aire" se quiere decir en el presente documento aire atmosférico. Pero se pueden usar también otros gases, tales como N<sub>2</sub>, O<sub>2</sub>, argón o helio o mezclas de los mismos así como mezclas de los gases que se han mencionado anteriormente con otros gases adecuados. En formas de realización particularmente preferentes, no obstante, el gas que se va a introducir es un gas que contiene nitrógeno, en particular aire. El gas se puede introducir a través de un distribuidor de gas.

En formas de realización preferentes, la presión del gas que se va a introducir en la suspensión acuosa de agente de lavado se encuentra 3 -30 bar por encima de la presión máxima de la suspensión acuosa de agente de lavado en la zona de conducción tubular entre la bomba de alta presión y la tobera de pulverización. Esto garantiza que se puedan introducir cantidades suficientes de gas en la suspensión de agente de lavado que se encuentra asimismo bajo presión, para mantener reducida la densidad de las partículas resultantes de agente de lavado y, por tanto, bajo el peso aparente del polvo de agente de lavado.

"Reducida", tal y como se usa en el presente documento con respecto a la densidad del polvo de agente de lavado, se refiere a densidades de 80 - 350 g/l.

"Bajo", tal y como se usa en el presente documento con respecto al peso aparente del polvo de agente de lavado, se refiere a disminuciones de peso aparente frente al peso aparente de polvos sin introducción de gas de hasta 300 g/l.

En diferentes formas de realización de la presente invención, la cantidad de gas que se introduce en la suspensión acuosa de agente de lavado asciende a no más de 10 kg/t de suspensión acuosa de agente de lavado.

El caudal de la suspensión en la conducción tubular asciende típicamente a de 500 a 50000 kg/h, lo que, en función del diámetro adaptado de la conducción tubular, se corresponde con una velocidad típica de 0,01 a 1,3 m/s.

5 En la etapa d) se pulveriza la suspensión, que contiene el gas, a través de una tobera de pulverización a una torre de pulverización. La temperatura de la suspensión asciende en este momento preferentemente a de 60 a 140 °C. La presión asciende en este caso típicamente a aproximadamente de 10 a 80 bar. Las torres de pulverización adecuadas son torres de corriente continua y a contracorriente, realizándose el secado a través de gas caliente en corriente continua o a contracorriente. Preferentemente, el secado se realiza en la torre de pulverización a contracorriente.

10 En la etapa e) se secan las partículas/gotas de la suspensión pulverizadas a través de la tobera de pulverización a la torre de pulverización para dar el polvo/granulado de agente de lavado. La temperatura del aire de salida asciende en este caso típicamente a de 60 a 100 °C.

15 Los polvos de agente de lavado secados por pulverización, producidos de acuerdo con la invención, pueden contener todos los ingredientes conocidos y habituales en tales agentes, en particular tensioactivos y mezclas de tensioactivos, sustancias soporte, agentes de blanqueo, enzimas, electrolitos, disolventes no acuosos, agentes ajustadores del pH, perfumes, vehículos de perfume, agentes fluorescentes, colorantes, hidrótopos, inhibidores de espuma, aceites de silicona, agentes antirredeposición, inhibidores del agrisado, preventores del encogimiento, agentes antiarrugas, inhibidores de la transferencia de color, principios activos antimicrobianos, germicidas, fungicidas, antioxidantes, conservantes, inhibidores de la corrosión, agentes antiestáticos, agentes amargos, coadyuvantes para el planchado, agentes repelentes y de impregnación, agentes de hinchamiento y antideslizantes, componentes suavizantes así como absorbedores UV.

25 Los polvos de lavado pueden contener uno o varios tensioactivos, considerándose en particular tensioactivos aniónicos, tensioactivos no iónicos y sus mezclas, pero pudiendo estar contenidos también tensioactivos catiónicos y/o anfóteros. Son tensioactivos no iónicos adecuados en particular alquilglicósidos y productos de etoxilación y/o propoxilación de alquilglicósidos o alcoholes lineales o ramificados con, en cada caso, 12 a 18 átomos de C en la parte de alquilo y 3 a 20, preferentemente 4 a 10 grupos éter de alquilo. Además, se pueden usar los correspondientes productos de etoxilación y propoxilación de N-alquil-aminas, dioles vecinales, ésteres de ácidos grasos y amidas de ácidos grasos, que se corresponden con respecto a la parte de alquilo con los ésteres de ácidos grasos de cadena larga y amidas de ácidos grasos mencionados, que se corresponden con respecto a la parte de alquilo con los derivados de alcohol de cadena larga mencionados, así como de alquilfenoles con 5 a 12 átomos de C en el resto alquilo. Son tensioactivos aniónicos adecuados en particular jabones y aquellos que contienen grupos sulfato o sulfonato con, preferentemente, iones de metal alcalino como cationes.

35 Son jabones que se pueden usar preferentemente las sales de metal alcalino de los ácidos grasos saturados e insaturados con 12 a 18 átomos de C. Tales ácidos grasos pueden emplearse también en forma no completamente neutralizada. A los tensioactivos que se pueden usar del tipo sulfato pertenecen las sales de los semiésteres de ácido sulfúrico de alcoholes grasos con 12 a 18 átomos de C y los productos de sulfatación de los tensioactivos no iónicos mencionados con un bajo grado de etoxilación. A los tensioactivos que se pueden usar del tipo sulfonato pertenecen sulfonatos de alquilbenceno lineales con 9 a 14 átomos de C en la parte de alquilo, sulfonatos de alcano con 12 a 18 átomos de C, así como sulfonatos de olefina con 12 a 18 átomos de C, que se producen en la reacción de las correspondientes monoolefinas con trióxido de azufre, así como ésteres de ácido alfa-sulfograso, que se producen en la sulfonación de ésteres de metilo o de etilo de ácido graso.

40 La suspensión acuosa de agente de lavado contiene típicamente constituyentes que se seleccionan de sustancias soporte, tensioactivos, agentes ajustadores del pH, en particular fuentes de alcalinidad, y tiene habitualmente un valor de pH en el intervalo alcalino, es decir, de 7 o más. Los constituyentes que en las condiciones del procedimiento son difíciles de procesar o no son estables, no están contenidos preferentemente en la suspensión, pero se pueden añadir por separado en un momento posterior al polvo de agente de lavado.

50 Los polvos de agente de lavado secados por pulverización que se pueden producir mediante los procedimientos descritos pueden contener tensioactivos, por ejemplo en cantidades del 15 al 30 % en peso, así como sustancias soporte, en particular zeolitas, carbonatos, fosfatos y/o silicatos en cantidades de 0 al 15 % en peso. El contenido en agua del polvo secado por pulverización se encuentra preferentemente en de aproximadamente 0 al 7 % en peso, preferentemente del 1 al 5 % en peso y aún más preferentemente del 2 al 3 % en peso.

55 Preferentemente, el polvo de agente de lavado secado por pulverización presenta de 0 al 10 % en peso de zeolita, aún más preferentemente de 0 al 5 % en peso de zeolita. Por ello se obtiene un polvo de agente de lavado que no solo presenta una densidad reducida, sino que también es fácilmente soluble a bajas temperaturas.

60 El polvo de agente de lavado que se puede obtener mediante los procedimientos descritos en el presente documento, por tanto, puede ser un agente de lavado de valor integral, pero como alternativa también se puede combinar con otros constituyentes, preferentemente en forma de partícula, para obtener un agente de lavado de valor integral. Los constituyentes adicionales en forma de partícula pueden ser, por ejemplo, granulados de enzima,

microcápsulas de perfume, partículas de tensioactivo, partículas de polímero, carga, agente de blanqueo, catalizador de blanqueo o tampón.

5 Un agente de lavado o de limpieza contiene preferentemente al menos un adyuvante soluble en agua y/o insoluble en agua, orgánico y/o inorgánico. A las sustancias adyuvantes orgánicas solubles en agua pertenecen los poli(ácidos carboxílicos), especialmente ácido cítrico y ácidos de azúcar, ácidos aminopolicarboxílicos monoméricos y poliméricos, en particular ácido metilglucindiacético, ácido nitrilotriacético y ácido etilendiamintetraacético así como poli(ácido aspártico), poli(ácidos fosfónicos), en particular aminotris(ácido metilfosfónico),  
10 etilendiamintetrakis(ácido metilfosfónico) y ácido 1-hidroxietan-1,1-difosfónico, compuestos hidroxipoliméricos, tales como dextrina, así como ácidos (poli)carboxílicos poliméricos, en particular policarboxilatos que se pueden obtener mediante la oxidación de polisacáridos o dextrinas, y/o ácidos acrílicos poliméricos, ácidos metacrílicos, ácidos maleicos y polímeros mixtos de los mismos, que también pueden contener menores porcentajes de sustancias polimerizables sin funcionalidad de ácido carboxílico incorporados por polimerización. La masa molecular relativa de los homopolímeros de ácidos carboxílicos insaturados se encuentra en general entre 5.000 y 200.000, la de los copolímeros entre 2.000 y 200.000, preferentemente en de 50.000 a 120.000, en cada caso con respecto al ácido libre. Un copolímero de ácido acrílico-ácido maleico particularmente preferente presenta una masa molecular relativa de 50.000 a 100.000. Compuestos apropiados de esta clase, aunque menos preferentes, son copolímeros de ácido acrílico o ácido metacrílico con éteres vinílicos, Tales como vinilmetiléteres, ésteres vinílicos, etileno, propileno y estireno, en los que el porcentaje del ácido asciende al menos al 50 % en peso. Como sustancias adyuvantes orgánicas solubles en agua también pueden utilizarse terpolímeros que contienen como monómeros dos ácidos insaturados y/o sus sales y como tercer monómero alcohol vinílico y/o un alcohol vinílico esterificado o un hidrato de carbono. El primer monómero ácido o su sal se deriva de un ácido carboxílico C3-C8 monoetilénicamente insaturado y, preferentemente, de un ácido monocarboxílico C3-C4, en particular de ácido (met)acrílico. El segundo monómero ácido o su sal puede ser un derivado de un ácido dicarboxílico C4-C8, siendo especialmente preferente ácido maleico, y/o un derivado de un ácido alilsulfónico, que está sustituido en posición 2 con un resto alquilo y/o arilo. Tales polímeros presentan en general una masa molecular relativa entre 1.000 y 200.000. Otros copolímeros preferentes son aquellos que presentan como monómeros acroleína y ácido acrílico/sales de ácido acrílico o acetato de vinilo. Las sustancias adyuvantes orgánicas pueden, en particular para la producción de agentes líquidos, emplearse en forma de soluciones acuosas, preferentemente en forma de soluciones acuosas del 30 al 50 por cien en peso. Todos los ácidos mencionados se emplean por norma general en forma de sus sales solubles en agua, en particular de sus sales de metal alcalino.

35 Tales sustancias adyuvantes orgánicas pueden estar contenidas en caso deseado en cantidades de hasta el 40 % en peso, en particular hasta el 25 % en peso y preferentemente del 1 % en peso al 8 % en peso. Se emplean cantidades próximas al límite superior mencionado preferentemente en agentes en forma de pasta o líquidos, en particular que contienen agua.

40 Como materiales adyuvantes inorgánicos solubles en agua se consideran en particular fosfatos de metal alcalino poliméricos, que pueden estar presentes en forma de sus sales de sodio o potasio alcalinas, neutras o ácidas. Son ejemplo de esto difosfato tetrasódico, dihidrogenodifosfato disódico, trifosfato pentasódico, denominado de sales de sodio y potasio.

45 Como materiales adyuvantes inorgánicos dispersables en agua, insolubles en agua se emplean en particular aluminosilicatos de metal alcalino cristalinos o amorfos en cantidades de hasta el 50 % en peso, preferentemente no más del 40 % en peso y en agentes líquidos en particular del 1 % en peso al 5 % en peso. Entre estos se prefieren los aluminosilicatos de sodio cristalinos con calidad de agente de lavado, en particular zeolita A, P y dado el caso X. Se emplean cantidades próximas al límite superior mencionado preferentemente en agentes en forma de partículas sólidas. Los aluminosilicatos adecuados no presentan especialmente partículas con un tamaño de grano mayor de 30  $\mu\text{m}$  y constan, preferentemente en al menos el 80 % en peso, de partículas con un tamaño menor de 10  $\mu\text{m}$ . Su capacidad de fijación de calcio, que puede determinarse según las indicaciones de la solicitud de patente alemana DE 24 12 837, se encuentra por norma general en el intervalo de 100 a 200 mg CaO por gramo. Sustitutos o sustitutos parciales adecuados para el aluminosilicato mencionado son silicatos alcalinos cristalinos que pueden estar presentes en solitario o mezclados con silicatos amorfos. Los silicatos alcalinos que pueden aprovecharse como sustancias soporte presentan preferentemente una relación molar de óxido alcalino respecto a  $\text{SiO}_2$  por debajo de 0,95, en particular de 1: 1, de 1 a 1: 12 y pueden estar presentes de forma amorfa o cristalina. Silicatos alcalinos preferentes son los silicatos de sodio, especialmente los silicatos de sodio amorfos, con una relación molar de  $\text{Na}_2\text{O}:\text{SiO}_2$  de 1: 2 a 1: 2,8.

60 Los constituyentes de agente de lavado son en general los constituyentes usados típicamente en agentes de lavado sólidos, tal como se describen por ejemplo en el documento DE 10349388 A1, DE 10349388B4, DE102008015396A1 o DE102008015110A1, cuyo contenido queda incorporado de este modo por referencia en su totalidad. En particular, los constituyentes de agente de lavado comprenden sustancias soporte (adyuvantes) solubles, tal como se describe en el documento DE 10349388 A1, DE 10349388B4, DE102008015396A1 o DE102008015110A1.

65

5 Todos los hechos, objetos y formas de realización que se describen para los procedimientos de acuerdo con la invención se pueden aplicar también a los polvos de agente de lavado secados por pulverización producidos. Por tanto, en este punto se hace referencia expresa a la divulgación en el punto correspondiente con el aviso de que esta divulgación se aplica también a los polvos de agente de lavado de acuerdo con la invención que se han descrito anteriormente.

10 La invención se refiere además también a instalaciones de secado por pulverización. A este respecto todos los hechos, objetos y formas de realización que se describen para los procedimientos de acuerdo con la invención se pueden aplicar también a la instalación de secado por pulverización. Por tanto, en este punto se hace referencia expresa a la divulgación en el punto correspondiente con el aviso de que esta divulgación se aplica también a las instalaciones de secado por pulverización que se han descrito anteriormente.

15 Por tanto, la presente invención se refiere a una instalación de secado por pulverización, que comprende una mezcladora, una bomba de alta presión, un amortiguador de pulsación (cámara de aire), una tobera de pulverización y una torre de pulverización, conduciendo un sistema de conducción tubular de la mezcladora a la bomba de alta presión y de la bomba a la tobera de pulverización, comprendiendo la tobera de pulverización con su abertura en el espacio interior del, conduciendo un sistema de conducción tubular de la mezcladora a la bomba de alta presión y de la bomba a la tobera de pulverización, adentrándose la tobera de pulverización con su abertura en el espacio interior de la torre de pulverización, caracterizada por que en un punto dispuesto a la bomba de alta presión delante de o directamente en un amortiguador de pulsación (cámara de aire) está colocada una conducción de entrada de gas.

20 El artículo singular indeterminado usado en la presente descripción en el contexto de la descripción de la instalación de secado por pulverización se ha de entender como "al menos un".

25 En determinadas formas de realización, la instalación de secado por pulverización es adecuada para la realización de los procedimientos definidos en las reivindicaciones.

30 En otras formas de realización de la instalación de secado por pulverización, la conducción de entrada de gas comprende un distribuidor de gas.

35 En algunas formas de realización de la instalación de secado por pulverización, el amortiguador de pulsación está colocado directamente detrás de la bomba de alta presión.

En distintas formas de realización de la instalación de secado por pulverización, la torre de pulverización es una torre de pulverización a contracorriente.

### Ejemplos

Ejemplo 1:

40 Para la medición de la distribución del tamaño de partícula se procede del siguiente modo: aparatos:

aparato de análisis granulométrico (por ejemplo, técnica de criba, tipo "Lavib 52/I"; Retsch tipo "VE 1000" o "AS200")

45 Conjuntos de cribas correspondientes a la sustancia de muestra que se va a examinar

Minutero

Pincel

Bandejas de pesaje

50 Báscula de laboratorio, Precisión: 1 g

Forma de proceder

55 Se monta un conjunto de cribas de tal modo que la anchura de malla disminuye hacia abajo. Este conjunto se dota de un fondo de terminación y se inserta en la máquina de cribado de ensayo. Los tornillos de ajuste de la guía se deben ajustar de tal modo que el conjunto de cribas esté anclado firmemente en el aparato. Se pesan 80 - 120 g de sustancia de muestra (con densidades aparentes por debajo de 200 g/l aproximadamente 50 g de muestra) en una bandeja de pesaje y se ponen sobre la criba superior. El conjunto de cribas se cierra entonces con una tapa y el aparato se conecta con el minutero. Se aplican los siguientes parámetros al proceso de cribado:

60 Duración: 2 min

Intervalo: 10 s

65 Amplitud de vibración: 2 mm (en el AS200)

## ES 2 708 757 T3

Las diferentes fracciones inclusive las partículas que han quedado retenidas en las mallas de la criba se traspasan a las bandejas de pesaje (en caso necesario con ayuda del pincel) y se pesan. La fracción que se encuentra sobre el fondo de terminación (partículas < 0,1 mm) asimismo se pesa.

### 5 Evaluación e indicación del resultado

Las proporciones de las distintas fracciones de tamaño de grano en la muestra total se calculan del siguiente modo:

$$F = s \times 100/E$$

10 f = porcentaje de la fracción individual en la muestra total [% en peso]

s = masa de la fracción individual [g]

15 E = cantidad de muestra total [g]

La suma de todas las fracciones debe ser igual al 100 % dentro de una tolerancia de  $\pm 1$  %.

La densidad aparente se determina mediante el pesaje de exactamente 1000 ml del material que se va a examinar.

20 Ejemplo 2:

La composición A se preparó en un procedimiento de secado por pulverización convencional. Todas las indicaciones de cantidades son en % en peso con respecto al peso total de la composición.

25

Composición A:	
Copolímero de ácido maleico-acrílico-sal de Na	3,25
Sulfonato de alquilbenceno lineal	13,74
Jabón	2,71
Etoxilato de alcohol de ácido graso C12-C18 + 4 EO	0,46
Etoxilato de alcohol de ácido graso C12-C18 + 7 EO	4,40
Zeolita A (aluminosilicato de sodio)	25,80
Silicato de sodio	0,18
Sulfato de sodio	44,08
Resto	1,06
Agua	4,32

Para la preparación de la formulación A se seleccionaron las siguientes condiciones del proceso en el secador por pulverización (contracorriente):

30 Contenido de sólidos en la suspensión = 62 %

Temperatura de aire de secado (entrada de torre) = 290 °C

Temperatura de aire de secado (filtro, salida de torre) = 83 °C

Volumen de gas por hora que se introduce a través de un distribuidor de gas en la cámara de aire = véase la tabla 1

35

Tabla 1: Distribución de tamaño de partícula en % en peso

Cantidad de gas	< 0,1 mm	0,1 mm	0,2 mm	0,4 mm	0,6 mm	0,8 mm	> 1,6 mm
0 m <sup>3</sup> /h	4	4,5	17	21,8	29	22	1,9
50 m <sup>3</sup> /h	4,9	4	25,7	25,9	22	16,5	1,1
100 m <sup>3</sup> /h	3,5	5,6	33,2	30,3	19,4	7,9	0,1
150 m <sup>3</sup> /h	4,7	3,9	49,7	26,3	11,7	3,6	0,1

Debido a las diferentes cantidades de gas en la suspensión de agente de lavado se producen diferencias en la calidad de los polvos obtenidos. Aparte de los menores pesos aparentes, en los análisis granulométricos se mostró un claro estrechamiento de la distribución del tamaño de partícula con mayores adiciones de gas.

40

## ES 2 708 757 T3

Con la introducción de aire se produjeron los siguientes pesos aparentes:

50 m <sup>3</sup> /h	340 g/l
100 m <sup>3</sup> /h	320 g/l
150 m <sup>3</sup> /h	291 g/l

Ejemplo 3:

5

La composición B se preparó en un procedimiento de secado por pulverización convencional. Todas las indicaciones de cantidades son en % en peso con respecto al peso total de la composición.

Composición B:	
Sulfonato de alquilbenceno lineal	13,79
Alcohol de ácido graso C12-C18 + 7 EO	2,67
Carbonato de sodio	23,34
Silicato de sodio	7,66
1-Hidroxietan-1,1-difosfonato de sodio (HEDP-4Na)	1,35
Poliacrilato	4,76
Carboximetilcelulosa CMC	1,91
Colorante azul	0,07
Blanqueador óptico	0,22
Sulfato de sodio	38,04
Sales	0,31
Agua	5,88

10

Se produjeron pesos aparentes de 430-440 g/l sin la adición de gas. Con una introducción de 30 m<sup>3</sup>/h de aire a través de la cámara de aire con un rendimiento de polvo de torre de 8000 kg/h se produjeron polvos con pesos aparentes de 390-400 g/l.

**REIVINDICACIONES**

1. Procedimiento para la producción de polvo de agente de lavado secado por pulverización, comprendiendo el procedimiento las siguientes etapas:
- a) producción de una suspensión acuosa de agente de lavado en una mezcladora,
  - b) traspaso de la suspensión acuosa de agente de lavado desde la mezcladora a un sistema de conducción tubular, que conduce a una bomba de alta presión y desde la bomba a una tobera de pulverización,
  - c) introducción de gases en la suspensión acuosa de agente de lavado que se encuentra en el sistema de conducción tubular en un punto pospuesto a la bomba de alta presión delante de un o directamente a un amortiguador de pulsación (cámara de aire),
  - d) pulverización de la suspensión acuosa de agente de lavado que contiene gas a través de la tobera de pulverización a una torre de pulverización y
  - e) secado por pulverización de la suspensión de agente de lavado que contiene gas para obtener un polvo de agente de lavado secado por pulverización.
2. El procedimiento según la reivindicación 1, generando la bomba de alta presión una presión en el intervalo de 10 - 100 bar en el sistema de conducción tubular entre la bomba de alta presión y la tobera de pulverización.
3. El procedimiento según la reivindicación 1 o 2, siendo el gas un gas que contiene nitrógeno, N<sub>2</sub>, O<sub>2</sub>, dióxido de nitrógeno, argón o helio, preferentemente aire atmosférico.
4. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 3, estando dispuesto el amortiguador de pulsación en el sistema de conducción tubular directamente detrás de la bomba de alta presión.
5. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 4, ascendiendo la proporción de sólidos de la suspensión acuosa de agente de lavado a más del 65 % en peso, preferentemente a entre 65 - 75 % en peso.
6. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 5, introduciéndose el gas a través de un distribuidor de gas en el amortiguador de pulsación.
7. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 6, introduciéndose el gas con una presión, que se encuentra 3 -30 bar por encima de la presión máxima de la suspensión acuosa de agente de lavado en la zona de la conducción tubular entre la bomba de alta presión y la tobera de pulverización, en la suspensión acuosa de agente de lavado.
8. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 7, conteniendo la suspensión acuosa de agente de lavado uno o varios constituyentes de agente de lavado seleccionados de tensioactivos y mezclas de tensioactivos, sustancias soporte, agentes de blanqueo, enzimas, electrolitos, disolventes no acuosos, agentes ajustadores del pH, perfumes, vehículos de perfume, agentes de fluorescencia, colorantes, hidrótopos, inhibidores de espuma, aceites de silicona, agentes antirredeposición, inhibidores del agrisado, preventores del encogimiento, agentes antiarrugas, inhibidores de la transferencia de color, principios activos antimicrobianos, germicidas, fungicidas, antioxidantes, conservantes, inhibidores de la corrosión, agentes antiestáticos, agentes amargos, coadyuvantes de planchado, agentes repelentes y de impregnación, agentes de resistencia a hinchamiento y antideslizantes, componentes suavizantes así como absorbedores UV.
9. Instalación de secado por pulverización que comprende una mezcladora, una bomba de alta presión, un amortiguador de pulsación (cámara de aire), una tobera de pulverización y una torre de pulverización, conduciendo un sistema de conducción tubular de la mezcladora a la bomba de alta presión y de la bomba a la tobera de pulverización, adentrándose la tobera de pulverización con su abertura en el espacio interior de la torre de pulverización, caracterizada porque en un punto pospuesto a la bomba de alta presión delante de o directamente en un amortiguador de pulsación (cámara de aire) está colocada una conducción de entrada de gas, siendo adecuada en particular la instalación para la realización de los procedimientos de acuerdo con las reivindicaciones 1-8 y/o comprendiendo en particular la conducción de entrada de gas un distribuidor de gas y/o estando colocado en particular el amortiguador de pulsación directamente detrás de la bomba de alta presión y/o siendo en particular la torre de pulverización una torre de pulverización a contracorriente.