



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 340 878**

51 Int. Cl.:
C11D 11/00 (2006.01)
C11D 17/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **07013641 .1**
96 Fecha de presentación : **28.01.2005**
97 Número de publicación de la solicitud: **1842900**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **10.10.2007**

54 Título: **Comprimidos detergentes.**

30 Prioridad: **03.04.2004 DE 10 2004 016 497**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
10.06.2010

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
10.06.2010

73 Titular/es: **HENKEL AG. & Co. KGaA**
Henkelstrasse 67
40589 Düsseldorf, DE

72 Inventor/es: **Kruse, Hans-Friedrich;**
Orlich, Bernhard y
Blasey, Gerhard

74 Agente: **Carvajal y Urquijo, Isabel**

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

Comprimidos detergentes.

5 La presente declaración comprende comprimidos detergentes que contienen granulados con disolución retardada así como la utilización de dichos comprimidos detergentes en lavadoras y lavavajillas.

10 El consumidor puede adquirir los detergentes en forma sólida o líquida, asimismo, especialmente los detergentes sólidos, a su vez, se ofrecen en diferentes formas de confección, por ejemplo, como polvo o compactado (por ejemplo, extrudados, comprimidos). El punto de partida para la fabricación de estas diferentes formas de confección es, en general, al menos, un granulado detergente obtenido a partir de materia prima de acción detergente, que puede ser mezclado con otras sustancias, obteniendo, por ejemplo, un polvo, o puede ser comprimido mediante presión hasta obtener extrudados o comprimidos.

15 Los procedimientos de granulado están descritos ampliamente en el estado actual de la técnica. Los granulados pueden ser obtenidos, además de mediante el desecado por pulverización convencional, por granulación húmeda, por granulación en seco o por compactación y por granulación por solidificación de la masa fundida. La técnica de granulado más habitual es la granulación húmeda, dado que esta técnica sufre la menor cantidad de restricciones y produce granulados con características favorables de la manera más segura. La granulación húmeda se lleva a cabo humedeciendo la mezcla en polvo con solventes y/o mezclas de solvente y/o soluciones de sustancias aglutinantes y/o soluciones de adhesivos y, preferentemente, es realizada en mezcladores/granuladores, lechos fluidizados o torres de pulverización, asimismo, los mezcladores/granuladores mencionados pueden estar equipados, por ejemplo, con herramientas de agitación y amasado. Sin embargo, para la granulación también se pueden utilizar combinaciones de lechos fluidizados y mezcladores/granuladores o combinaciones de diferentes mezcladores/granuladores. La granulación se lleva a cabo, dependiendo del material inicial así como de las cualidades deseadas del producto, bajo efecto de fuerzas de cizallado bajas a elevadas.

30 El objeto de la invención consiste en poner a disposición una posibilidad para la facilitación de granulados, en la cual sea posible un control simple de, al menos, una característica de granulado durante la obtención de granulados.

35 El objetivo se alcanza a través de un procedimiento para la obtención de granulados detergentes por granulación de componentes sólidos y líquidos, utilizando uno o múltiples mezcladores/granuladores en un primer paso de procedimiento con un granulador de capa fluidizada, posconectado, en un segundo paso de procedimiento, asimismo, mediante la distribución del componente líquido en el mezclador/granulador y la capa fluidizada, se lleva a cabo una regulación de la solubilidad del granulado. Los granulados detergentes también se denominan, en adelante, "granulados". Preferentemente, mediante la distribución del componente líquido en el mezclador/granulador y la capa fluidizada, también se lleva a cabo una regulación del tamaño de partículas del granulado.

40 El granulado obtenido puede ser componente de formulaciones detergentes. El procedimiento posibilita la obtención de granulados de diferentes características y composición. Las diferencias pueden corresponder, preferentemente, a la composición del tamaño de los granos y la solubilidad y, con ello, también a un retardo de la disolución del granulado. Los diferentes granulados pueden ser mezclados para obtener detergentes que, a su vez, pueden presentar diferentes características, derivadas, preferentemente, de aquellas de los granulados. Preferentemente, estos productos acabados mismos pueden presentar entonces diferentes características regulables, cuando presentan la misma composición en relación con las proporciones en peso de cada sustancia individual, pero diferenciarse, asimismo, de los granulados descritos obtenidos como se describe anteriormente.

45 El objeto de la invención es un comprimido detergente que contiene agentes efervescentes y granulados detergentes provenientes de un procedimiento que comprende los siguientes pasos:

- 50 a) mezclado y granulado de uno o múltiples componentes sólidos con uno o múltiples componentes líquidos en uno o múltiples mezcladores/granuladores, asimismo, el componente líquido contiene, al menos, en parte, un ácido tensioactivo aniónico,
- 55 b) pasaje del granulado obtenido en a) a una capa fluidizada y pulverizado de uno múltiples componentes líquidos sobre el lecho fluidizado formado en la capa fluidizada y posterior granulación, caracterizado porque los componentes por pulverizar en la capa fluidizada contienen soluciones de silicato y/o de (co) polímeros, pero no un ácido tensioactivo aniónico.

60 A su vez, también se entiende por componentes líquidos aquellos que a temperatura ambiente no son necesariamente líquidos, pero sí son líquidos en la respectiva temperatura de procesamiento, pero, especialmente, aquellos que ya son líquidos a temperatura ambiente. Adicionalmente, se utilizan preferentemente líquidos que pueden iniciar reacciones con otros líquidos y/o sustancias sólidas. En este caso se trata, preferentemente, de reacciones de neutralización de componentes de acción detergente.

65 Sorprendentemente, se ha descubierto que en la granulación de componentes sólidos y líquidos, utilizando un mezclador/granulador con un granulador de capa fluidizada, posconectado, se puede efectuar una regulación de la solubilidad del granulado así como, preferentemente, también el tamaño de partículas del granulado a través de la

distribución del componente líquido en el mezclador/granulador y la capa fluidizada. Se comprobó que la solubilidad del granulado continua mejorando si los componentes líquidos implementados en todo el procedimiento se agregan de manera creciente al mezclador/granulador y de manera reducida a la capa fluidizada. Preferentemente, también se obtiene entonces un granulado más fino.

5

En el procedimiento de elaboración de los granulados detergentes los pasos individuales de procedimiento son atravesados, preferentemente, de manera continua.

10 En el primer paso del procedimiento, se granulan, sobre todo, componentes de detergentes sólidos y líquidos conocidos y usuales, de manera usual, asimismo, se pueden utilizar para ello todos los mezcladores conocidos, granuladores y/o compresores. Por ejemplo, se pueden utilizar aparatos de las empresas Vomm, Lödige, Schugi, Eirich, Henschel o Fukae.

15 A su vez, es posible llevar a cabo la granulación en un mezclador/granulador en múltiples mezcladores/granuladores posconectados que, eventualmente, presentan diferentes velocidades de mezclado y de granulado. En un modo de ejecución preferido, el primer paso de funcionamiento es realizado en dos mezcladores/granuladores posconectados. A su vez, es ventajoso si primero se obtiene un granulado previo en un mezclador/granulador de alta velocidad y posteriormente se lleva a cabo, eventualmente, agregando otros componentes sólidos y líquidos, la posterior granulación y compresión en un mezclador/granulador más lento. El tiempo de permanencia en el mezclador/granulador de alta
20 velocidad se encuentra, preferente, por debajo de 1 minuto, especialmente, muy por debajo de un minuto, mientras que los tiempos de permanencia en los granuladores más lentos, preferentemente, continuo, es, preferentemente, de hasta varios minutos, ventajosamente, entre 1 y 10 minutos, de manera más ventajosa aún, entre 2 y 8 minutos, pero, sobre todo, entre 3 y 5 minutos.

25 Sin embargo, se prefiere una ejecución del procedimiento que comprenda dos mezcladores/granuladores posconectados, asimismo, primero se utiliza el mezclador/granulador más lento y luego el mezclador/granulador de alta velocidad, como se describe, por ejemplo, en la patente europea EP 0 642 576 B1.

30 La adición de los componentes líquidos y sólidos en el primer paso de procedimiento puede llevarse a cabo en cualquier orden. Preferentemente, sin embargo, se pulverizan los componentes líquidos sobre las sustancias sólidas que ya se encuentran en el mezclador/granulador, removidas por herramientas de mezcla o por rotación del tambor mezclador. Entre los componentes líquidos se encuentran, también, los componentes líquidos en la respectiva temperatura de procesamiento, que pueden ser bombeados y, especialmente, pulverizados.

35 El segundo paso de procedimiento se lleva a cabo en una capa fluidizada. Los líquidos se aplican por pulverización, preferentemente, finamente distribuidos sobre el granulado fluidizado del primer paso de procedimiento. La fluidización del granulado se lleva a cabo con aire, que, según el tipo de variante de procedimiento y del componente líquido, puede presentar diferentes temperaturas.

40 Como otra magnitud de influencia para la regulación de la solubilidad deseada del granulado se ha descubierto el posicionamiento de los atomizadores en la capa fluidizada.

45 Un procedimiento en el cual los atomizadores del granulador de capa fluidizada están posicionados por encima del producto fluidizado y el rociado se realiza en dirección del paso de la capa fluidizada, es un modo de ejecución preferido de la invención. Mediante este modo de funcionamiento se puede reducir adecuadamente el tamaño de grano del granulado y la solubilidad del granulado, en comparación con un modo de funcionamiento en el cual los atomizadores efectúan la pulverización en dirección contraria a la dirección de paso de la capa fluidizada y/o dentro de la capa fluidizada.

50 Si, entonces, el procedimiento se caracteriza porque la atomización se lleva a cabo en dirección contraria a la dirección de paso de la capa fluidizada y/o en el producto fluidizado, también nos encontramos ante un modo de ejecución preferido.

55 También es un modo de ejecución preferido el posicionamiento lógico de los atomizadores, en cuyo caso se obtienen granulados más gruesos con solubilidad elevada.

Acorde a un modo de ejecución preferido, los granulados obtenidos se mezclan, en un paso del tratamiento, con otros componentes de detergentes, en forma de partículas.

60 Ventajosamente, todas las sustancias conocidas contenidas en detergentes pueden ser utilizadas en el procedimiento, especialmente, si en un paso del tratamiento se mezclan los granulados con otros componentes de los detergentes. Es especialmente preferida la implementación de tensioactivos aniónicos y no iónicos, pero también de tensioactivos catiónicos, tensioactivos anfóteros y zwitteriónicos, sustancias adyuvantes orgánicas e inorgánicas, blanqueadores, sales alcalinas y neutras, inhibidores de engrisamiento, enzimas y estabilizadores de enzimas y componentes menores
65 usuales, como aclarantes ópticos y colorantes y aromatizantes, tanto en el granulado y/o como componente adicional. Los componentes sólidos pueden ser incorporados al procedimiento en polvo y/o granulados, por ejemplo, en la granulación y/o como componente adicional. En el caso de las materias primas sólidas, utilizadas, por ejemplo, en polvo, se trata de, por ejemplo, zeolita, especialmente, de zeolita A y/o P, carbonato de sodio, tripolifosfato, silicatos

ES 2 340 878 T3

5 amorfos o cristalinos o sulfato de sodio. En otro modo de ejecución preferido de la invención, también se utilizan, como componentes sólidos, compuestos que contienen más de una sustancia activa. Entre ellos podemos mencionar, por ejemplo, el polvo desecado por pulverización (el polvo extraído de la torre de secado), pero también granu-
dos tensioactivos concentrados, por ejemplo, aquellos que contienen hasta 40 a 95% en peso de alquilsulfatos y/o alquilbenzolsulfonatos.

Es ventajoso que los granulados sean preparados con otros componentes sólidos, polvos, granulados y compues-
tos sólidos. Es decir que las sustancias contenidas en los detergentes pueden encontrarse en el granulado o en los
componentes agregados al granulado o en ambos.

10 Un objeto preferido de la invención es un comprimido detergente acorde a la reivindicación 1, en el cual, du-
rante el procedimiento de elaboración de los granulados detergentes, los componentes por pulverizar en la capa
fluidizada están libres de tensioactivos y, preferentemente, presentan, al menos, en parte, componentes que forman
película.

15 Por sustancias que forman película se entienden, en este caso, todas las sustancias o mezclas libres de tensioactivos,
que pueden formar una película en la superficie de los sustratos, por ejemplo, debido a que se encuentran, primero,
disueltas en un solvente (agua, etanol u otros), son aplicadas o pulverizadas sobre el sustrato y tras la evaporación del
disolvente forman una película. Los componentes también pueden, por ejemplo, ser pulverizados o aplicados en un
20 estado fundido líquido sobre el sustrato, de modo que dicho componente forme una película el solidificarse sobre el
sustrato. Componentes especialmente preferidos son, en general, soluciones de silicatos y/o de (co)polímeros. Además
se prefieren los (co)polímeros de ácido acrílico, los derivados de la celulosa, los copolímeros de vinilpirrolidona-
acetato de vinilo en diferentes proporciones, productos de polimerización a base de vinilpirrolidona-acetato de vinilo
y propionato de vinilo, resinas de óxido de polietileno, acetato de polivinilo, alcohol de polivinilo e hidrolizados de
25 proteínas. Los formadores de películas a base de resinas naturales son, por ejemplo, goma laca decolorada, resina de
Sandarak, resinas benzoe y colofonio.

En esta variante de procedimiento resultan ventajosos los granulados que, a pesar de tener una buena solución,
son menos solubles en comparación con los granulados mencionados, es decir, los granulados identificados como
30 “no acorde a la invención”, dado que en la capa fluidizada se forma un componente libre de tensioactivos aniónicos,
especialmente, un componente libre de tensioactivos, alrededor del granulado, que en la utilización debe disolverse
primero antes de que el núcleo del granulado mismo que contiene tensioactivos se disuelva. De esta manera se obtiene
otra diferenciación del comportamiento de disolución de los granulados que, por ejemplo, es muy ventajosa en lo que
respecta a la liberación controlada de las sustancias activas (“controlled release”).

35 Si el componente líquido del paso de procedimiento a) está seleccionado del grupo de sustancias aglutinantes
líquidas, soluciones de sustancias de acción detergente y/o dispersiones, preferentemente, suspensiones y/o emulsiones
de sustancias de acción detergente, y, asimismo, el ácido tensioactivo aniónico obtenido contiene, de manera ventajosa,
una o múltiples sustancias del grupo de los ácidos carboxílicos, de los semiésteres de ácido sulfúrico y de ácidos
40 sulfúricos, de manera especialmente ventajosa, del grupo de los ácidos grasos, de los ácidos alquilsulfúricos grasos y
de los ácidos alquilarilsulfónicos, especialmente, del grupo de los ácidos alquilbenzósulfónicos C₈₋₁₆, especialmente,
C₉₋₁₃, se trata de un modo de ejecución preferido de la invención.

Si los componentes sólidos son adecuados para la implementación en detergentes y, preferentemente, se utilizan,
45 al menos, en parte, sustancias seleccionadas del grupo de los coadyuvantes, polímeros y/o sales neutras, y, asimismo,
contiene, ventajosamente, al menos, en parte, neutralizadores, de manera especialmente ventajosa, una o múltiples
sustancias del grupo de carbonato de sodio, hidróxido de sodio, sesquicarbonato de sodio, hidróxido de potasio y/o
carbonato de potasio, entonces también se trata de un modo de ejecución preferido.

50 Si los componentes sólidos contienen sustancias sólidas del grupo de los silicatos, silicatos de aluminio, sulfatos,
citratos y/o fosfatos, se trata de un modo de ejecución preferido de la invención.

Si el componente líquido del pasos de procedimiento b), que no contiene ácido tensioactivo aniónico, especialmen-
te, libre de tensioactivos, está seleccionado del grupo de las sustancias aglutinantes líquidas y/o de la solución acuosa
55 o dispersión acuosa de una o múltiples sustancias detergentes, preferentemente, silicatos amorfos, carbonatos, sulfa-
tos, y/o sales orgánicas, como fosfonatos, policarboxilatos, especialmente, citrato, y/o policarboxilatos polímeros, y,
asimismo, se prefieren especialmente las soluciones de silicatos y/o (co)polímeros, de modo especialmente preferido,
entonces también estamos ante un modo de ejecución preferido de la invención.

60 Los granulados del tipo mencionado pueden ser mezclados con otros componentes sólidos para obtener un deter-
gente preferentemente en forma de partículas.

En un modo de ejecución preferido, el detergente contiene, a su vez, múltiples granulados de múltiples variantes
de procedimiento, es decir, con diferentes perfiles de solubilidad.

65 Para obtener la composición deseada, en la mezcla también están contenidas, ventajosamente, como complemento
del granulado, componentes usuales de preparación, así como, preferentemente, uno o múltiples granulados aditivos.

ES 2 340 878 T3

La mezcla de los granulados, de los demás componentes en forma de partículas/sólidos del detergente y/o de los granulados aditivos se denomina detergente (en forma de partículas).

La implementación de este granulado aditivo es ventajosa para incorporar, especialmente, otras cantidades de tensioactivo aniónico y/o, especialmente, (co)polímeros y/o silicatos en los detergentes.

El granulado aditivo adicional contiene, entonces, preferentemente, tales componentes que están completamente ausentes en el primer granulado y/o, preferentemente, también otros componentes que, aunque se encuentren en el primer granulado, lo estén en proporciones que pueden o deben ser elevadas en relación a la composición total del detergente para optimizar la composición. Además de sustancias portadoras usuales como, preferentemente, sulfato, soda, tripolifosfato o zeolitas puede tratarse, a su vez, especialmente, de tensioactivos aniónicos, silicatos y productos de (co)polimerización. El granulado aditivo adicional puede, a su vez, obtenerse correspondientemente a un procedimiento del estado actual de la técnica, conocido por el especialista.

Dependiendo de la variante de procedimiento, la combinación de ambos granulados durante la obtención del granulado conduce a detergentes en forma de partículas que en el caso de composiciones de sustancia en sí iguales, en relación con todo el detergente en forma de partículas, presenta, sin embargo, diferentes características, por ejemplo, en lo que respecta a la solubilidad de estos agentes. Dichas características son influenciadas, esencialmente, y de manera ventajosa, por las características de los granulados contenidos en los detergentes.

Acorde a un modo de ejecución preferido, los detergentes contienen, además de granulados, otros componentes en forma de partículas del detergente, especialmente, que contienen tensioactivos aniónicos y/o granulados aditivos que contienen silicatos/(co)polímeros, en cuyo caso se trata, especialmente, de productos de secado por pulverización, asimismo, en el caso de los polímeros se trata, por ejemplo, de ácido poliacrílico y sus sales de sodio o poliacrilatos o, en el caso de los copolímeros, por ejemplo, de aquellos del ácido acrílico con ácido maleico.

Acorde a otro modo de ejecución preferido, en el caso del granulado aditivo se trata de otros granulados obtenidos acorde a un procedimiento acorde a la invención, asimismo, en la fabricación de dicho granulado aditivo sólo se utilizan, como componente líquido, soluciones acuosas de componentes de detergentes, asimismo, se prefieren especialmente las soluciones de silicatos y/o de (co)polímeros.

Como ha sido descubierto, la solubilidad de los granulados desmejora, preferentemente, si en la granulación se trabaja con proporciones crecientes líquido, especialmente, si como líquido de granulación se utilizan tensioactivos aniónicos o, especialmente, si el líquido de granulación contiene tensioactivos aniónicos o sus precursores.

Para la obtención de detergentes se mezclan, además de los componentes de preparación usuales y conocidos por el especialista, un granulado así como otro granulado aditivo que contiene los componentes restantes deseados y, preferentemente, se obtiene por secado por pulverización. A su vez, es ventajoso si el tensioactivo aniónico contenido está distribuido en el primer granulado y en el segundo granulado, de modo que, preferentemente, no se aplique más del 70% de todo el tensioactivo aniónico contenido en todo el detergente a través del primer granulado y, preferentemente, no menos del 30% en peso a través del segundo granulado. El segundo granulado contiene, a su vez, preferentemente, proporciones de silicato y productos de (co)polimerización.

El granulado presenta entonces, preferentemente, un tamaño de partículas d₅₀ de 0,3 a 0,4 mm. El detergente en forma de partículas obtenido presenta entonces, preferentemente, un tamaño de partículas d₅₀ de 0,4 a 0,6 mm. Detergentes con muy buena solubilidad se disuelven prácticamente completamente, por ejemplo, en agua a 30°C, en 90 segundos, con residuos de, preferentemente 1-1,5% en peso. A su vez, los granulados utilizados se disuelven, especialmente, completamente.

Para la obtención de detergentes de buena solubilidad se mezclan, además de los componentes de preparación usuales, al menos, un granulado, así como otro granulado aditivo que contiene los componentes restantes deseados y, preferentemente, se obtiene por secado por pulverización. A diferencia del producto descrito anteriormente, en relación con el detergente acabado, las proporciones de tensioactivos aniónicos están completamente contenidas en el granulado. Las proporciones totales de silicatos y productos de (co)polimerización están, preferentemente, completamente contenidas en el granulado aditivo. Tanto el granulado como así también el detergente acabado presentan un tamaño de partículas d₅₀ de 0,8 a 1,0 mm. Detergentes con muy buena solubilidad se disuelven prácticamente completamente, por ejemplo, en agua a 30°C, en 90 segundos, con residuos de, preferentemente 1,5-2,0% en peso. Los granulados utilizados están disueltos, preferentemente, con residuos de 1% en peso.

Para la obtención de detergentes que aún tienen una buena solubilidad, pero son más gruesos, se mezclan, además de los componentes de preparación usuales, al menos, un granulado, así como otro granulado aditivo que contiene los componentes restantes deseados y, preferentemente, se obtiene por secado por pulverización. La adición de los componentes líquidos está distribuida en el mezclador/granulador y la capa fluidizada, preferentemente, de manera tal que el componente líquido esté distribuido en una relación de, aproximadamente, 3:1 en el mezclador/granulador y la capa fluidizada. A su vez, preferentemente, todos los componentes de los tensioactivos aniónicos contenidos en el detergente total, son incorporados al detergente a través del granulado. Las proporciones de silicatos y productos de (co)polimerización están, preferentemente, completamente contenidas en el granulado aditivo.

ES 2 340 878 T3

El granulado, como así también el detergente, presentan en este caso un tamaño de partículas d50 de, preferentemente, 1,3 a 1,6 mm. Los detergentes gruesos, con muy buena solubilidad, se disuelven prácticamente completamente, por ejemplo, en agua a 30°C, en 90 segundos, con residuos de, preferentemente 2,5 a 3,0% en peso. Los granulados utilizados están disueltos, preferentemente, con residuos de 2% en peso.

Los granulados con solubilidad retardada son granulados que primero apenas se disuelven, pero luego, preferentemente, tras la disolución de un revestimiento exterior, se disuelven rápidamente como los granulados descritos anteriormente. En el caso preferido, la capa de revestimiento consiste en silicatos y/o (co)polímeros. En el núcleo, el granulado contiene, preferentemente, los tensioactivos aniónicos. Dichos granulados son muy ventajosos para la implementación en un comprimido detergente y provocan, sorprendentemente, una descomposición rápida del comprimido y una buena solubilidad del mismo.

Preferentemente, pueden obtenerse granulados con una solubilidad retardada gracias a la atomización de toda la proporción de tensioactivos aniónicos en el mezclador/granulador y la atomización de la solución de silicato y productos de (co)polimerización en la capa fluidizada. Otras proporciones de productos de (co)polimerización y silicato se agregan al detergente, preferentemente, a través de otro granulado aditivo, preferentemente, obtenido por secado por pulverización. En la obtención de este granulado aditivo también es ventajoso, por ejemplo, si, preferentemente, aproximadamente el 66% de los líquidos acuosos son atomizados, por ejemplo, sobre soda y sulfato en el mezclador/granulador y, preferentemente, el 34% restante, aproximadamente, es atomizado en la capa fluidizada. El granulado de solubilidad retardada presenta un tamaño de grano medio d50 de, preferentemente, 1,3 a 1,5 mm, la solubilidad en agua a 30°C está, preferentemente, retardada de modo tal que tras 5 minutos aún se puedan comprobar residuos de, preferentemente, 5 a 6% en peso. El segundo granulado aditivo presenta un tamaño de grano medio d50 de, preferentemente, 1,0 mm y, preferentemente, está completamente disuelto, sin residuos, tras 90 segundos.

Estos granulados con solubilidad retardada son especialmente interesantes para comprimidos detergentes.

La finura y la solubilidad del granulado dependen, preferentemente, de manera completa de las cantidades totales de líquido aplicado en el granulado. Los granulados gruesos, en cuyo caso se utilizó una cantidad de líquido elevada para la granulación, generalmente presentan una solubilidad inferior a los granulados finos, en los cuales se utilizó una cantidad menor de líquido para la granulación. Dado que las cantidades de líquido utilizadas para la granulación preferentemente son sustancias activas de detergentes, es adecuado que, en el caso de utilizar una proporción inferior de líquido para los granulados, las sustancias activas que faltan sean agregadas al detergente que contiene los granulados a través de un componente adicional que contiene las cantidades de sustancia activa faltante. Esta es, preferentemente, el segundo granulado mencionado anteriormente, es decir, el granulado aditivo, que es, preferentemente, un producto de secado por pulverización.

Se ha descubierto, sorprendentemente, que mezclas de detergente preferentemente finas en cuya granulación, además del granulado fino, sólo se utilizó una parte de la totalidad de componentes líquidos por agregar al detergente, especialmente, los componentes de tensioactivo aniónico, y que contienen, adicionalmente, un granulado aditivo fabricado con los líquidos restantes, presentan una solubilidad notablemente mejorada en comparación con las mezclas de detergentes que contienen granulados en cuya granulación se utilizaron cantidades de líquido mayores, preferentemente, la totalidad de los componentes líquidos por incorporar en el detergente, especialmente, los componentes de tensioactivo aniónico.

El segundo componente de granulado aditivo puede ser obtenido acorde a un procedimiento usual de granulación o también a un procedimiento acorde a la invención, preferentemente, sin embargo, por secado por pulverización.

Preferentemente, los granulados están contenidos en los comprimidos, al menos, en un 20% en peso, ventajosamente, al menos, en un 30% en peso, en un modo más ventajoso, al menos, en un 40% en peso, de modo más ventajoso aún, al menos, en 50% en peso, especialmente, al menos, en 60% en peso, en relación con el peso total del comprimido.

Sorprendentemente, se descubrió que precisamente aquel granulado, en cuya fabricación los componentes por pulverizar en la capa fluidizada no presentan ácido tensioactivo aniónico, son, especialmente, libres de tensioactivos y presentan, al menos en parte, un componente que forma película con disolución retardada, posibilita una muy buena descomposición del comprimido si el comprimido contiene, además de este granulado, un típico agente efervescente. Esta situación paradójica se explica, sin atarse por ello a una teoría determinada, debido a que en la implementación del granulado de solubilidad retardada se lleva a cabo un ablandamiento retardado de la partícula individual, al formar gel del tensioactivo con agua y por ello, primero el agente efervescente provoca la descomposición del comprimido en los granulados individuales. Luego se pueden disolver los granulados. A su vez, el comprimido se descompone en pocos segundos.

A diferencia de ello, los comprimidos que contienen granulados de solución comparativamente rápida, no se descomponen tras pocos segundos sino sólo tras un lapso de minutos, o no se descomponen.

En un modo de ejecución preferido de la invención, el comprimido contiene, al menos, una sustancia auxiliar de desintegración hinchable. Son igualmente preferidos todos los agentes efervescentes usuales.

ES 2 340 878 T3

Un comprimido que contiene un agente auxiliar desintegrador hinchable en base a celulosa, preferentemente, en forma de granulado, cogramulado o compactado, en cantidades de 0,5 a 10% en peso, preferentemente, de 1 a 8% en peso y, especialmente, de 2 a 7% en peso, siempre en relación al peso del cuerpo moldeado, es un modo de ejecución preferido de la invención.

Si el comprimido está envuelto, al menos, en parte, por un revestimiento soluble en agua, el cual comprende uno o múltiples materiales del grupo (eventualmente acetilizado) de alcohol de polivinilo (PVAL) y/o copolímeros PVAL, polivinilpirrolidona, óxido de polietileno, polietilenglicol, gelatina, celulosa y sus derivados, especialmente, MC, HEC, HPC, HPMC y/o CMC, y/o copolímeros, así como sus mezclas, se trata de un modo de ejecución preferido de la invención.

Otro objeto de la invención es la utilización de los comprimidos descritos en lavadoras o lavavajillas domésticos y también la utilización como comprimido detergente dosificable en un compartimiento del detergente para lavadoras domésticas.

Ejemplos

A continuación se describen cuatro ejemplos para la obtención de cuatro detergentes universales en forma de partículas con, esencialmente, la misma composición (en % en peso) en relación con la composición total, pero en las cuales se incorporan diferentes granulados. Los diferentes granulados producen, a su vez, diferentes características de los detergentes universales.

Composición del detergente universal (en adelante, también denominado UWM):

A. Componentes granulados:	70 % en peso
consistentes en:	
tensioactivos	11 - 16 % en peso
Fosfonato	0,5 - 1 % en peso
Soda e hidrocarbonato sódico	17 - 22 % en peso
Silicato	2 - 5 % en peso
Poliacrilato de sodio	2 - 4 % en peso
Sulfato de Na / agua / sales	hasta completar el 70 % en peso
B. componentes de preparación usuales	30 % en peso
Inhibidor de engrisamiento	0,5 - 1 % en peso
Antiespumante	2 - 4 % en peso
Aclarante óptico	0,1 - 0,3 % en peso
Enzimas	0,5 - 1 % en peso
Blanqueadores / activadores de blanqueo	15 - 20 % en peso
Aromatizantes	0,1 - 0,5 % en peso
Tensioactivos	0 - 2 % en peso
Soda / hidrocarbonato sódico / Sulfato de Na	
hasta alcanzar el 30 % en peso	

ES 2 340 878 T3

Ejemplo 1

(No acorde a la invención)

5 *Fabricación del granulado A*

En un mezclador de caída libre de acción continua (tambor con listón de desprendimiento) se pulverizaron sobre 35,5% en peso de sulfato de sodio y 46,3% en peso de soda, 18,5% en peso de una mezcla de ácidos, conformada, a su vez, por 75,3% en peso de ácido alquilbenzolsulfónico, 11,2% en peso de ácido graso, 10,5% en peso de solución de 10 Turpinal®SL (acuosa, al 60%) y 3% en peso de agua. (Turpinal®SL es ácido hidroxietan-1,1-difosfónico; ex Solutia Inc.)

El tratamiento posterior de la mezcla se llevó a cabo en una capa fluidizada continua con aire a 40°C, con un tiempo de permanencia de 10 minutos.

El producto se cribó con una criba de 1,25 mm. La parte sobrante de 20% en peso se condujo nuevamente al mezclador/granulador tras la molienda. No se separaron las partes finas.

20 La composición del granulado A tras la neutralización fue la siguiente:

	Proporción de granulado A:	100,00 % en peso
25	LAS	14,27 % en peso
	Jabón	2,22 % en peso
30	Na ₄ HEDP	1,64 % en peso
	Hidrocarbonato sódico	3,42 % en peso
	Sulfato de sodio	35,78 % en peso
35	Carbonato de sodio	40,59 % en peso
	Agua / sales	2,08 % en peso

40

(LAS=alquilbenzolsulfonato; Na₄HEDP=sal tetrasódica de ácido hidroxietilendifosfónico)

45

Como complemento del granulado A, al producto acabado mezclado para obtener el detergente universal se le agregó el granulado aditivo Z desecado por pulverización con la siguiente composición:

50	granulado aditivo Z:	100,00 % en peso
	LAS	20,00 % en peso
55	Silicato	13,20 % en peso
	Sokalan PA 30	12,00 % en peso
	Sulfato de sodio	50,00 % en peso
60	Agua	4,80 % en peso

65 (Sokalan PA 30= poliacrilato de sodio 45% en peso en H₂O ex BASF)

ES 2 340 878 T3

La mezcla de los granulados hasta obtener un detergente universal I (también denominado UWM I) en la proporción indicada a continuación, produjo las siguientes características del detergente universal:

El UWM I consiste en:

5	granulado A	47% en peso
	granulado aditivo Z	23% en peso
10	Componentes de preparación usuales	30% en peso

Características del ejemplo 1:

15		Granulado A	Detergente universal I
	Densidad aparente	645 g/l	524 g/l
20	Composición del grano (análisis de criba)		
	< 0,1 mm	2 % en peso	1 % en peso
25	0,10-0,20 mm	15 % en peso	11 % en peso
	0,20-0,40 mm	37 % en peso	31 % en peso
30	0,40-0,63 mm	23 % en peso	28 % en peso
	0,63-0,80 mm	9 % en peso	16 % en peso
35	0,80-1,25 mm	14 % en peso	13 % en peso
	solubilidad *		
	L -Test 90 seg.	0,1 % en peso	1,5 % en peso
40	L - Test 300 seg.	0 % en peso	0,9 % en peso
	L-Test90 seg. arrojó como resultado para el granulado aditivo Z un valor de 0 % en peso.		
45	* El comportamiento residual o el comportamiento de solubilidad del granulado A, del granulado aditivo y del detergente universal I fueron determinados con las		
50	pruebas L-Test y L300-Test.		

55 *L -Test:*

Para determinar el comportamiento residual o el comportamiento de solubilidad se diseminaron, en un vaso de precipitados de 2 l, 8 g del agente por evaluar, bajo agitación (800 rev/min con un mezclador de laboratorio/cabezal mezclador con hélice centrado a 1,5 cm de la base del vaso de vidrio) y se agitaron durante 90 segundos a 30°C. La prueba se realizó con agua de una dureza de 16°d. Posteriormente, la lejía se eliminó por una criba (80 mm). El vaso de precipitados se enjuagó con muy poca agua fría por encima de la criba. Se llevó a cabo una determinación doble. Las cribas se secaron en un armario de secado a 40°C +/- 2°C hasta obtener una constante en peso y se pesó el detergente residual. El residuo se indica como valor medio de ambas determinaciones individuales, en % en peso. En el caso de desviaciones de los resultados individuales en más de 20% entre sí, usualmente se realizan otras pruebas; pero no fue necesario en el presente análisis.

L300-Test: Esta prueba corresponde a la L-Test, con la diferencia de que en este caso no se agitaron las partes durante 90 segundos, sino durante 300 segundos, a 30°C.

ES 2 340 878 T3

Ejemplo 2

(No acorde a la invención)

5 Fabricación del granulado B

En un mezclador de caída libre de acción continua (tambor con listón de desprendimiento) se pulverizaron sobre 42,8% en peso de sulfato de sodio y 33,5% en peso de soda, 24,53% en peso de una mezcla de ácidos, conformada, a su vez, por 82,4% en peso de ácido alquilbenzolsulfónico, 6,9% en peso de ácido graso, 6,7% en peso de solución de Turpinal®SL (acuosa, al 60%) y 4% en peso de agua.

El tratamiento posterior de la mezcla se llevó a cabo en una capa fluidizada continua con aire a 40°C, con un tiempo de permanencia de 10 minutos.

El producto se cribó con una criba de 2,0 mm. La parte sobrante de, aproximadamente, 15% en peso, se condujo nuevamente a la criba tras la molienda. No se separaron las partes finas. La composición del granulado B tras la neutralización fue la siguiente:

20	Partes de granulado B	100,00 % en peso
	LAS	21 % en peso
	Jabón	1,84 % en peso
25	Na ₄ HEDP	1,36 % en peso
	Sulfato de sodio	42,84 % en peso
30	Hidrocarbonato sódico	4,15 % en peso
	Carbonato de sodio	26,14 % en peso
35	Agua / sales	2,67 % en peso

Como complemento del granulado B, al producto final mezclado hasta obtener el detergente universal se le agregó el granulado aditivo ZZ desecado por pulverización con la siguiente composición:

40	Proporción de granulado aditivo ZZ	100,00 % en peso
45	Sulfato de sodio	17,47 % en peso
	Carbonato de sodio	27,07 % en peso
	Sokalan PA 30	20,00 % en peso
50	Silicatos	22,00 % en peso
	Agua	13,46 % en peso

Se llevó a cabo la mezcla de los granulados hasta obtener un detergente universal II (también denominado UWM II) en la proporción indicada a continuación, y se obtuvieron las características descritas a continuación para el UWM II:

60 El UWM II consiste en:

	Granulado B	53,8% en peso
65	Granulado aditivo ZZ	16,2% en peso
	Componentes de preparación usuales	30% en peso

ES 2 340 878 T3

Características ejemplo 2:

	Granulado B	Detergente universal II
Densidad aparente	615 g/l	560 g/l
Composición del grano (análisis de criba)		
<0,1 mm	0,4 % en peso	1,5 % en peso
0,1-0,2 mm	1,3 % en peso	3,4 % en peso
0,2-0,4 mm	5,2 % en peso	8,5 % en peso
0,4-0,8 mm	17,4 % en peso	34,8 % en peso
0,8-1,25 mm	25,2 % en peso	22,3 % en peso
1,25-1,60 mm	35,2 % en peso	21,4 % en peso
1,60-2,00 mm	15,3 % en peso	8,1 % en peso
solubilidad *		
L -Test 90 seg.	1,2 % en peso	2,2 % en peso
L - Test 300 seg.	0,5 % en peso	1,5 % en peso
L-Test90 seg. arrojó como resultado para el granulado aditivo ZZ un valor de 0 % en peso.		
* método para determinar la solubilidad véase ejemplo 1		

Ejemplo 3

(No acorde a la invención)

Fabricación del granulado C

En un mezclador de caída libre de acción continua (tambor con listón de desprendimiento) se pulverizaron sobre 44,2% en peso de sulfato de sodio y 32,7% en peso de soda, 18,0% en peso de una mezcla de ácidos, conformada, a su vez, por 82,4% en peso de ácido alquilbenzolsulfónico, 6,9% en peso de ácido graso, 6,7% en peso de solución de Turpinal®SL (acuosa, al 60%) y 4% en peso de agua.

Los restantes 6% en peso de la misma mezcla de ácidos se pulverizaron en la siguiente capa fluidizada accionada con, aproximadamente, 40°C. El tiempo de permanencia en la capa fluidizada fue de, aproximadamente, 10 minutos. El cribado del producto se llevó a cabo en cribas de entre 2,0 mm y 0,8 mm.

Tras la molienda, la parte sobrante de 15% se condujo, junto con el 25% de partes finas, inferiores a 0,8 mm, nuevamente al mezclador/granulador.

ES 2 340 878 T3

La composición del granulado C tras la neutralización fue la siguiente:

5	Proporciones de granulado C	100,00 % en peso
	LAS	20,49 % en peso
	Jabón	1,79 % en peso
10	Na ₄ HEDP	1,33 % en peso
	sulfato de sodio	44,22 % en peso
15	Hidrocarbonato sódico	4,05 % en peso
	Carbonato de sodio	25,51 % en peso
20	Agua / sales	1,93 % en peso

25 Como complemento del granulado B, al producto final mezclado hasta obtener el detergente universal se le agregó el granulado aditivo ZZ desecado por pulverización con la siguiente composición:

30	Proporciones de granulado aditivo ZZ	100,00 % en peso
	sulfato de sodio	17,47 % en peso
	Carbonato de sodio	27,07 % en peso
35	Sokalan PA 30	20,00 % en peso
	Silicatos	22,00 % en peso
40	Agua	13,46 % en peso

45 Sí se llevó a cabo una mezcla de los granulados hasta obtener un detergente universal III (también denominado UWM III) en la proporción indicada a continuación, se obtuvieron las características descritas a continuación:

El UWM III consiste en:

50	Granulado C	55% en peso
	Granulado aditivo ZZ	15% en peso
55	Resto correspondiente a la composición	30% en peso

60

65

ES 2 340 878 T3

Características ejemplo 3:

	Granulado C	Detergente universal III
5	Densidad aparente	595 g/l
	524 g/l	
	Composición del grano (análisis de criba)	
10	<0,1 mm	0 % en peso
	1 % en peso	2 % en peso
	0,1 - 0,2 mm	0 % en peso
15	0,2 - 0,4 mm	4 % en peso
	0,4 - 0,8 mm	5 % en peso
	7 % en peso	18 % en peso
20	0,8-1,25 mm	15 % en peso
	1,25-1,60 mm	47 % en peso
	1,60-2,00 mm	42 % en peso
	26 % en peso	
25	solubilidad *	
	L -Test 90 seg.	2,0 % en peso
	2, 8 % en peso	
30	L - Test 300 seg.	0,5 % en peso
	1,5 % en peso	
	L-Test90 seg. arrojó como resultado para el granulado aditivo ZZ un valor de 0 % en peso.	
35	* método para determinar la solubilidad véase ejemplo 1	

Ejemplo 4

(Acorde a la invención)

Fabricación del granulado D

En un mezclador de caída libre de acción continua (tambor con listón de desprendimiento) se pulverizaron sobre 36,39% en peso de sulfato de sodio y 31,11% en peso de soda, 22,77% en peso de una mezcla de ácidos, conformada, a su vez, por 82,6% en peso de ácido alquilbenzolsulfónico, 6,94% en peso de ácido graso, 6,74% en peso de solución de Turpinal®SL (acuosa, al 60%) y 4% en peso de agua.

En la capa fluidizada posconectada al mezclador/granulador se atomizan 17,18% en peso de una mezcla de líquido que consiste en 44,7% en peso de una solución al 45% en peso de Sokalan PA 30 y 55,3% en peso de una solución al 40% de silicato (módulo 2,0) sobre el granulado fluidizado.

En la capa fluidizada se lleva a cabo el secado del producto con aire a 110°C, hasta alcanzar, aproximadamente, 5-6% en peso de agua residual.

El cribado del producto se llevó a cabo en cribas de entre 2,0 mm y 0,8 mm.

Tras la molienda, la parte sobrante de 15% en peso se condujo, junto con, aproximadamente, el 25% en peso de partes finas, inferiores a 0,8 mm, nuevamente al mezclador/granulador.

ES 2 340 878 T3

La composición del granulado D tras la neutralización fue la siguiente:

5	Proporciones de granulado D	100.00 % en peso
	LAS	19,45 % en peso
	Jabón	1,70 % en peso
10	Na ₄ HEDP	1,26 % en peso
	Sulfato de sodio	36,31 % en peso
15	Hidrocarbonato sódico	3,84 % en peso
	Carbonato de sodio	24,20 % en peso
20	Sokalan PA	30 3,45 % en peso
	Silicato	3,79 % en peso
25	Agua / sales	5,36 % en peso

Adicionalmente al granulado D, además de los componentes de preparación usuales, al detergente universal acorde a este ejemplo se le agregó un granulado aditivo E adicional.

La composición del granulado aditivo E fue la siguiente:

35	Proporciones de granulado aditivo E	100,00 % en peso
	Sulfato de sodio	35,54 % en peso
40	Carbonato de sodio	33,87 % en peso
	Sokalan PA 30	8,11 % en peso
45	Silicatos	8,92 % en peso
	Agua	13,56 % en peso

Sí se llevó a cabo una mezcla de los granulados hasta obtener un detergente universal IV (también denominado UWM IV) en la proporción indicada a continuación, se obtuvieron las características descritas a continuación para el UWM IV:

55	El UWM IV consistió en:	
	Granulado C	58% en peso
60	Granulado aditivo E	12% en peso
	Resto correspondiente a la composición	30% en peso

65

ES 2 340 878 T3

Características ejemplo 4:

	Granulado D	Granulado aditivo E	Detergente universal IV
5	Densidad aparente 675 g/l	560 g/l	665 g/l
	Composición del grano (análisis de criba)		
10	<0,1 mm	0 % en peso	1,0 % en peso
	0,1-0,2 mm	0 % en peso	2,0 % en peso
15	0,2-0,4 mm	0 % en peso	4,0 % en peso
	0,4-0,8 mm	5,0 % en peso	7,0 % en peso
20	0,8-1,25 mm	25,0 % en peso	25,0 % en peso
	1,25-1,6 mm	52,0 % en peso	47,0 % en peso
	1,6-2,0 mm	18,0 % en peso	14,0 % en peso
25	solubilidad *		
	L -Test 90 seg.	7,3 % en peso	4,9 % en peso
30	L - Test 300 seg.	0,2 % en peso	1,5 % en peso
	* método para determinar la solubilidad véase Ejemplo 1		

Conclusiones a partir de los ejemplos 1- 4:

Los detergentes universales presentados en los ejemplos contenían, además de los componentes usuales, los granulados descritos y, respectivamente, un granulado intermedio adicional al cual se habían incorporado otras sustancias adicionales líquidas. La variante de obtención del granulado en el mezclador/granulador y en la capa fluidizada y la distribución de los líquidos incorporados A y B en el granulado obtenido acorde al procedimiento reivindicado así como en un granulado aditivo adicional influyeron en las características del detergente universal.

En el caso del componente líquido A se trata de LAS-H (ácido alquilbenzolsulfónico), que reaccionó durante la granulación hasta obtener LAS-Na (sal sódica de alquilbenzolsulfonato).

En el caso del componente líquido B se trata de una mezcla de una solución al 40% de silicatos (módulo 2,0) y una solución al 45% en peso de Sokalan PA 30.

Las variantes de procedimiento en comparación:

Indicaciones como proporciones de sustancia activa en el detergente universal a través del granulado y el granulado aditivo.

ES 2 340 878 T3

	1º granulado **				Granulado aditivo		UWM	
	mezclador/granulador		capa fluidizada		componente líquido		componente líquido	
	LAS- Na % en peso	B % en peso	LAS- Na % en peso	B % en peso	LAS- Na % en peso	B % en peso	LAS- Na % en peso	B % en peso
UWM I	6,7	0	0	0	4,6	6,3	11,3	5,8
UWM II	11,3	0	0	0	0	6,8	11,3	6,8
UWM III	7,5	0	3,8	0	0	6,3	11,3	6,3
UWM IV	11,3	0	0	4,2	0	2,04	11,43	6,24
** 1º granulado significa, en relación al detergente universal: UWM I contiene granulado A, UWM II contiene granulado B, UWM III contiene granulado C, UWM IV contiene granulado D								

Las características del producto en comparación:

	Densidad aparente Granulado [g/L]	Densidad aparente UWM [g/L]	L -Test Granulado [% en peso]	L -Test UWM [% en peso]	L300-Test Granulado [% en peso]	L300-Test UWM [% en peso]
UWMI granulado A	645	524	0,1	1,5	0	0,9
UWM II granulado B	615	560	1,2	2,2	0,5	1,5
UWMIII granulado C	595	524	2,0	2,8	0,5	1,5
UWM IV granulado D	675	665	7,3	4,9	0,2	1,5
granulado aditivo E en UWM IV	560	665	0		0	

Conclusiones:

- Los granulados aditivos complementarios presentaban una prueba L - Test de 0. De esta manera, los demás componentes de la mezcla y, especialmente, el primer granulado obtenido según el procedimiento reivindicado, tiene una influencia directa sobre el comportamiento del detergente universal obtenido a partir de él.

- La solubilidad del detergente universal es directamente correlativo con la solubilidad de los granulados comprendidos. Por ejemplo, se obtuvo un detergente universal de buena solubilidad cuando los primeros granulados obtenidos según el procedimiento reivindicado son muy solubles.

- Para la solubilidad del granulado obtenido según el procedimiento reivindicado se obtuvo la siguiente graduación:

- Granulados con muy buena solubilidad se obtuvieron si el componente líquido A sólo se aplicó parcialmente durante la granulación y sólo se utilizó en el mezclador/granulador, y, asimismo, en la capa fluidizada no se utilizó ningún componente líquido. En el granulado aditivo complementario, contenido en el UWM, se utilizaron las cantidades totales de componente líquido B (véase UWM IV/granulado D) y las cantidades restantes del componente líquido A (véase UWM I/granulado A). o Granulados con muy buena solubilidad, algo gruesos, se obtuvieron si el componente líquido A se aplicó completamente durante la granulación y sólo se utilizó en el mezclador/granulador, y, asimismo, en la capa fluidizada no se utilizó ningún componente líquido. En el granulado aditivo complementario, contenido en el UWM, se utilizaron

ES 2 340 878 T3

las cantidades totales de componente líquido B y ninguna cantidad restante del componente líquido A (véase UWM II/granulado B).

- Granulados de solubilidad aceptable, gruesos, se obtuvieron si el componente líquido A se aplicó completamente durante la granulación y se utilizó tanto en el mezclador/granulador, como así también en la capa fluidizada. El componente líquido se distribuyó tanto en el mezclador/granulador como así también en la capa fluidizada. En el granulado aditivo complementario, contenido en el UWM, se utilizaron las cantidades totales de componente líquido B y ninguna cantidad restante del componente líquido A (véase UWM III/granulado C).
- Granulados gruesos con solubilidad retardada, se obtuvieron si el componente líquido A se aplicó completamente durante la granulación y sólo se utilizó en el mezclador/granulador, y una parte del componente líquido B se utilizó en la capa fluidizada. Es decir, el componente líquido se distribuyó en el mezclador/granulador y en la capa fluidizada, asimismo, en la capa fluidizada se utilizó el componente líquido libre de tensioactivos y que forma película. En el granulado aditivo complementario, contenido en el UWM, se utilizaron las restantes cantidades de componente líquido B (véase UWM IV/granulado D).

Ejemplo 5

Respectivamente 37,2 g del detergente obtenido en los ejemplos 1-4 UWM I - UWM IV (UWM I a III: no acorde a la invención; UWMIV: acorde a la invención) se prensaron con 2,8 g de un agente efervescente para comprimidos en base a celulosa, acorde a la declaración de patente europea EP 0 970 181 B1 hasta obtener comprimidos de 40 g con una resistencia a la rotura de 40 N. Se fabricaron respectivamente 5 comprimidos.

Para determinar la descomposición del comprimido se lo sumergió mediante un dispositivo en agua a 20°C de modo tal que entre en contacto con el agua en todas sus caras.

Los comprimidos que contienen UWM I, así como los comprimidos que contienen UWM II y los comprimidos que contienen UWM III se descompusieron, en promedio, sólo tras 5-6 minutos.

Los comprimidos que contienen UWM IV se descompusieron en promedio, ya tras 7 segundos.

Este es un resultado sorprendente, dado que UWM IV presenta la solubilidad notablemente inferior.

En el prensado de los comprimidos con una resistencia a la rotura de 60 N, en los comprimidos con UWM I o UWM II o UWM III no se inició la descomposición. Los comprimidos correspondientes con UWM IV se descompusieron, en promedio, ya tras 17 segundos.

Este resultado sorprendente demuestra la idoneidad sobresaliente del UWM IV y del granulado D incorporado para la fabricación de comprimidos detergentes que incluso con una resistencia elevada a la rotura presentan una buena descomposición.

Es decir, los comprimidos acordes a la invención que contienen el UWM IV, ya se descomponen extraordinariamente rápido en agua fría y, mucho más rápido que los comprimidos que contienen UWM I o UWM II o UWM III. Esto es más sorprendente aún que el hecho de que el UWM IV contiene los granulados con la solubilidad inferior.

REIVINDICACIONES

1. Comprimidos detergentes que contienen agentes efervescentes y granulados detergentes obtenidos a partir de un procedimiento que comprende los siguientes pasos:

- a) mezclado y granulado de uno o múltiples componentes sólidos con uno o múltiples componentes líquidos en uno o múltiples mezcladores/granuladores, asimismo, el componente líquido contiene, al menos, en parte, un ácido tensioactivo aniónico,
- b) pasaje del granulado obtenido en a) a una capa fluidizada y pulverizado de uno múltiples componentes líquidos sobre el lecho fluidizado formado en la capa fluidizada y posterior granulación, **caracterizado** porque los componentes por pulverizar en la capa fluidizada contienen soluciones de silicato y/o de (co) polímeros, pero no un ácido tensioactivo aniónico.

2. Comprimido acorde a la reivindicación 1, **caracterizado** porque el componente líquido del paso de procedimiento a) está seleccionado del grupo de sustancias aglutinantes líquidas, soluciones de sustancias de acción detergente y/o dispersiones, preferentemente, suspensiones y/o emulsiones de sustancias de acción detergente, asimismo, el ácido tensioactivo aniónico contenido contiene, de manera ventajosa, una o múltiples sustancias del grupo de los ácidos carboxílicos, de los semiésteres de ácido sulfúrico, y de ácidos sulfúricos, de manera especialmente ventajosa, del grupo de los ácidos grasos, de los ácidos alquilsulfúricos grasos y de los ácidos alquilarilsulfónicos, especialmente, del grupo de los ácidos alquilbenzosulfónicos C₈₋₁₆, especialmente, C₉₋₁₃.

3. Comprimido acorde a la reivindicación 1 o 2, **caracterizado** porque los componentes sólidos son adecuados para la implementación en detergentes y, preferentemente, se utilizan, al menos, en parte, sustancias seleccionadas del grupo de los coadyuvantes, polímeros y/o sales neutras, asimismo, contiene, ventajosamente, al menos, en parte, neutralizadores, de manera especialmente ventajosa, una o múltiples sustancias del grupo de carbonato de sodio, hidróxido de sodio, sesquicarbonato de sodio, hidróxido de potasio y/o carbonato de potasio.

4. Comprimido acorde a una de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado** porque los componentes sólidos contienen sustancias sólidas del grupo de los silicatos, silicatos de aluminio, sulfatos, citratos y/o fosfatos.

5. Comprimido acorde a una de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado** porque en el procedimiento de elaboración de los granulados detergentes la atomización se lleva a cabo en dirección contraria a la dirección de paso de la capa fluidizada y/o en el producto fluidizado.

6. Comprimido acorde a una de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado** porque en el procedimiento de elaboración de los granulados detergentes, los atomizadores del granulador de capa fluidizada están posicionados por encima del producto fluidizado y el rociado se realiza en dirección del paso de la capa fluidizada.

7. Comprimido acorde a una de las reivindicaciones anteriores 1 a 6, **caracterizado** porque contiene otros componentes detergentes en forma de partículas, especialmente, granulados adicionales con tensioactivos aniónicos y/o con silicatos/(co)polímeros.

8. Comprimido acorde a la reivindicación 7, **caracterizado** porque en el caso de los granulados aditivos se trata de productos de secado por pulverización.

9. Comprimido acorde a la reivindicación 7, **caracterizado** porque en el caso del granulado aditivo se trata de otro u otros granulados obtenidos acorde al procedimiento descrito en la reivindicación 1.

10. Comprimido acorde a la reivindicación 9, **caracterizado** porque en la fabricación del granulado aditivo sólo se utilizan, como componente líquido, soluciones acuosas de componentes de detergentes, asimismo, se prefieren especialmente las soluciones de silicatos y/o de (co)polímeros.

11. Comprimido acorde a una de las reivindicaciones 1 a 10, **caracterizado** porque contiene, al menos, un agente auxiliar desintegrador hinchable.

12. Comprimido acorde a una de las reivindicaciones 1 a 11, **caracterizado** porque contiene un agente auxiliar desintegrador hinchable en base a celulosa, preferentemente, en forma de granulado, cogrulado o compactada, en cantidades de 0,5 a 10% en peso, preferentemente, de 1 a 8% en peso y, especialmente, de 2 a 7% en peso, siempre en relación al peso del cuerpo moldeado.

13. Comprimido acorde a una de las reivindicaciones 1 a 12, **caracterizado** porque está envuelto, al menos, en parte, por un revestimiento soluble en agua, el cual comprende uno o múltiples materiales del grupo (eventualmente acetilizado) de alcohol de polivinilo (PVAL) y/o copolímeros PVAL, polivinilpirrolidona, óxido de polietileno, polietilenglicol, gelatina, celulosa y sus derivados, especialmente, MC, HEC, HPC, HPMC y/o CMC, y/o copolímeros, así como sus mezclas.

ES 2 340 878 T3

14. Utilización de comprimidos acorde a una de las reivindicaciones 1 a 13 en lavadoras o lavavajillas de uso doméstico.

5 15. Utilización de comprimidos acorde a una de las reivindicaciones 1 a 13 como comprimidos detergentes dosificables en el compartimiento del detergente en lavadoras de uso doméstico.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65