



(19) ES	(11) NUMERO	(10) A I
(31)	459419	
(22) FECHA DE PRESENTACION	2 JUN. 1977	

(Case 1-10494/7-11138/SE)

- 6 NOV. 1978

PATENTE DE INVENCION

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

(50) PRIORIDADES	(52) FECHA	(53) PAIS
(31) NUMERO		
6570/76	25 Mayo 1976	Suiza
	10 Mayo 1977	Suiza

(47) FECHA DE PUBLICIDAD	(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL	(52) PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	BOIJ	

(64) TITULO DE LA INVENCION

"PROCEDIMIENTO CON SU INSTALACION DE REALIZACION EN SISTEMA RODANTE PARA LA FABRICACION DE GRANULADOS"

(71) SOLICITANTE (S)

CIBA-GEIGY AG

DOMICILIO DEL SOLICITANTE

Basilea (Suiza)

(72) INVENTOR (ES)

Dr. Urs Büchel - Dr. Hans Mollet - Alain Willlioud -
Reinhold Franz - Hansjörg Schneider

(73) TITULAR (ES)

Ciba-Geigy AG

(74) REPRESENTANTE

DON JAIME ISERN CUYAS, Agente Propiedad Industrial

DESCRIPCIÓN
=====

Este invento se refiere a un procedimiento y una instalación para la composición de granulados y asimismo, como artículo industrial, a los granulados obtenidos por este procedimiento.

5. Se sabe que por movimiento mezclante y rodante de material en presencia o con aportación de pequeñas cantidades de una fase líquida se forman granulados. Véase, por ejemplo, el artículo de H.B. Ries "Aufbaugranulierung" en "Aufbereitungstechnik, n° 11
10. de 1971, página 675 y siguientes.

- Ahora se ha descubierto que por adición en exceso de la fase líquida y secamiento consecutivo del granulado, con el que se elimina otra vez la fase líquida sobrante, se obtienen granulados que, comparados con
15. los que se obtenían de la manera indicada al principio, presentan sorprendentemente estabilidad mecánica mejorada, tamaño granular más uniforme y solubilidad o dispersabilidad mejorada. Especialmente se logra también de
20. este modo convertir el polvo fino fuertemente empolvorizante en una forma de granulado sin polvillo o escasa en polvillo.

- El invento se refiere por tanto a un procedimiento para la composición de granulados en el que a una substancia pulverulenta sometida a un movimiento rodante se aporta un líquido granulador, el cual procedimiento se caracteriza por aportarse tanto líquido
- 25.

granulador que se supere la humedad de equilibrio de la substancia y por volverse a secar a continuación inmediata hasta la humedad de equilibrio o hasta por debajo de la humedad de equilibrio esta substancia húmeda.

5.

La "humedad de equilibrio" es la humedad de la substancia pulverulenta que se expresa en tanto por ciento de humedad relativa del aire y cuya tensión parcial de vapor de agua corresponde a la tensión parcial de vapor de agua que existe momentáneamente sobre la substancia.

10.

Esta medida combinada, consistente en la aportación de líquido granulador en exceso y nueva eliminación de él por secado consecutivo, es nueva y reporta el progreso técnico indicado al principio.

15.

En calidad de substancia pulverulenta puede considerarse cualquier substancia inorgánica u orgánica y puede tratarse de substancias homogéneas o de mezclas de substancias.

20.

Se trata, por ejemplo, de colorantes, pigmentos, aclaradores ópticos o agentes auxiliares de la industria textil; de productos farmacéuticos, mezclas de materia activa para la composición de pastillas o tabletas, agentes antiparasitarios, alimentos y estimulantes, como café en polvo, leche en polvo o harina; almidón y productos de la degradación del almidón, como la dextrina; agentes antimicrobianos y bac-

25.

- terioestáticos; piensos, herbicidas, agentes fitosanitarios; detergentes, agentes auxiliares de la industria papelera (por ejemplo, encolantes); productos químicos fotográficos, productos químicos para el cuero, polímeros, aditivos para los plásticos, masas de prensa de resina sintética, explosivos, materiales para la construcción, carbón, menas, catalizadores, productos químicos en general, abonos y fertilizantes, productos intermediarios de la producción de cemento, materiales de partida para productos cerámicos o también materiales brutos para la pulvimetalurgia.
- 5.
- 10.

- Por colorantes, como substancias, deben entenderse aquí todas las clases posibles, tanto en el aspecto colorístico como químico, que sean aptas para aplicación acuosa y orgánica. A título de ejemplos cabe citar los colorantes básicos, los colorantes ácidos, los colorantes de azufre, los colorantes de tina, los colorantes sobre mordiente, los colorantes cromados, los colorantes de dispersión y los colorantes directos, y los colorantes pueden contener en la molécula grupos fibrorreactivos. Se entiende que también se comprenden entre ellos los colorantes para alimentos y, por ejemplo, los colorantes para pieles y cueros.
- 15.
- 20.

- Desde el punto de vista químico se trata, por ejemplo, de colorantes nitrosos, nitro, monoazoicos, disazoicos, trisazoicos, poliazoicos, estilbénicos, carotenoides, difenilmetánicos, triarilmetánicos, xanténicos, acridínicos, quinolínicos, metínicos, tiazóli-
- 25.

cos, indamínicos, indofenólicos, acínicos, oxacínicos, tiacínicos, lactónicos, aminocetónicos, hidroxicetónicos, antraquinónicos, indigoides y ftalocianínicos, así como de colorantes complejos 1:1 o 1:2 metálicos.

5. En calidad de aclaradores ópticos que pueden emplearse para el blanqueamiento entran en cuenta los de cualquier clase de aclaradores. Se trata por ejemplo de compuestos estilbénicos, como los derivados de cianuro del ácido 4,4'-diaminoestilben-2,2'-
10. -disulfónico, o de diestiril-bifenilos, cumarinas, benzocumarinas, piracinas, pirazolinas, oxacinas, compuestos de mono- o di-benzoxazolilo o de mono- o di-bencimidazolilo y asimismo imidas de ácido naftálico y derivados de naftotriazol y v-triazol.
15. Por agentes auxiliares de la industria textil deben entenderse los productos químicos que se necesitan en la elaboración de las diversas fibras textiles para convertirlas en tejidos acabados; así, por ejemplo, los detergentes para la lana cruda, los
20. agentes de ensimaje, los encolantes, los empesantes, los agentes impregnadores, los agentes de conservación, los aprestantes, los desaprestantes, los descrudantes, los agentes auxiliares del blanqueo, los agentes auxiliares de tintorería, como dispersantes e igualadores,
25. los agentes auxiliares de la estampación, los agentes auxiliares para la carbonización, los mercerizantes, los preparados para impartir resistencia a las arrugas y al encogimiento y los preparados antiestáticos.

Los agentes antiparasitarios son de conocimiento general. Sirven, por ejemplo, para exterminar los parásitos de las plantas (por ejemplo, fungicidas, insecticidas, acaricidas, nematocidas, molusquicidas y rodenticidas) y para evitar las enfermedades de los vegetales.

5. Por agentes antimicrobianos se entienden sustancias destinadas a retardar o impedir, o que sirven para retardar o impedir, las alteraciones nocivas de los alimentos ocasionadas por microorganismos.

10. Los bacteriostáticos son sustancias que inhiben o dificultan el crecimiento de las bacterias.

15. Por detergentes deben entenderse las sustancias que están estructuradas, por ejemplo, a base de: a) una sustancia sintética de actividad deterSORIA, una materia prima deterSORIA, b) un agente auxiliar de la detergencia (aditivo detergente), c) otros aditivos, como perborato sódico, silicato magnésico, blanqueadores ópticos, humectantes, etc., y d) agentes extensores. Tanto el detergente como tal como los componentes individuales pueden granularse en conformidad con el invento.

20. Por último, pueden granularse todavía los polímeros, entre los cuales deben entenderse los compuestos orgánicos macromoleculares que se obtienen por transformación de productos naturales o por síntesis, y a ellos pertenecen también las masas plásticas.

25. En el caso de la sustancia pulverulenta puede tratarse de una sustancia pura o de una subs-

tancia encabezada. También puede utilizarse como sustancia pulverulenta un género secado ya por pulverización.

5. En el caso del líquido granulador se trata preferentemente de agua o de un líquido orgánico, como, por ejemplo, alcoholes líquidos, a los que eventualmente pueden añadirse todavía suplementos en cantidades de 0,1 a 50 % en peso respecto al líquido granulador. Este líquido granulador de varios componentes constituye una solución o emulsión homogénea y se obtiene removiendo homogéneamente el líquido granulador mientras se añaden los aditivos.

15. Como tales aditivos entran en cuenta, por ejemplo: humectantes o dispersantes de naturaleza aniónica, catiónica o no ionógena, como el sulfonato de lignina, el ácido dinaftilmetandisulfónico, el sulfosuccinato sódico de dioctilo, el naftalinsulfonato de dibutilo, el sulfonato de dodecilbenceno, el cloruro de laurilpiridinio, el éter alquilfenolpoliglicólico,
20. la estearil-difenil-oxietildietilentriamina y los aductos de óxido de etileno; aglomerantes como la dextrina, la sacarosa, el almidón, los alginatos, la gelatina, la glicerina, los glicoles, la carboximetilcelulosa, las polivinilpirrolidonas, los alcoholes polivinílicos,
25. una mezcla de ácido mineral sulfónico y emulgente (Esso-tex), los polioxipropilenglicoles (polímeros de bloque de óxido de polietileno con polipropilenglicol), el carbonato de etileno o una mezcla de aceite de parafina y

emulgente no iónico; así como mejoradores de la solubilidad, como la urea, la tetrametilurea, la caprolactama, los polietilenglicoles, etc., y encabezadores, como la sal común y el sulfato sódico.

5. La realización del procedimiento se efectúa sometiendo en particular la substancia pulverulenta, seca, a un movimiento rodante a la temperatura del ambiente, por ejemplo en un tambor giratorio (tambor de granulación). A esta substancia en revolvimiento se
10. aporta luego el líquido granulador, que presenta una temperatura de 10 a 80° C aproximadamente y en particular de 15 a 25° C, recurriendo, por ejemplo, a la introducción por boquillas o a la aspersion, aunque hay que procurar de una parte que la substancia sea humedecida uniformemente y de otra parte que el diámetro de
15. las gotitas, en el caso de la introducción por boquillas, se halle preferentemente entre unas 10 micras y 300 micras (1 micra = 1/1000 mm), para lograr un granulado homogéneo en el aspecto del tamaño del grano.
20. Se emplea tanto líquido granulador que se supere el índice de equilibrio de la sorción de vapor de agua del polvo de la substancia en las condiciones del ambiente, y la cantidad excedente de líquido así aportada es, en dependencia de la substancia, de un 5 a 300 % y preferentemente de 5 a 40 %, en peso, respecto a la cantidad
25. de substancia. A continuación se vuelve a excluir por secado esta cantidad excedente de líquido hasta llegar a la humedad de equilibrio o por debajo de ella, actuando, por ejemplo, en un aparato secador como un secador de turbulencia.

5. Por este procedimiento se provoca la aglomeración de las partículas primarias de polvo de la sustancia por las gotitas de líquido aplicadas, aglomeración que se refuerza mediante el movimiento rodante como consecuencia de la rotación del tambor.

10. El procedimiento es apto pues también particularmente para el polvo secado por pulverización, ya que así se consigue una mejora del comportamiento del polvillo, del comportamiento de la solución (humectación, solubilidad) y de la capacidad de derrame en comparación con el género secado por pulverización. Por otra parte, el procedimiento es especialmente apto para el uso de sustancias higroscópicas.

15. Por la cantidad excedente de líquido granulador se encanta en el caso ideal la disolución de la sustancia y se desarrolla así una acción aglomerante en ella, por lo que en general no es necesario agregar al líquido granulador ningún otro aditivo, en particular aglomerantes.

20. La firmeza del aglomerado es influida predominantemente por las propiedades del líquido de granulación rociado y se basa en un enlace de puente de materia sólida y líquido entre las partículas de polvo primarias.

25. Por el procedimiento de este invento se obtienen granulados de poco polvillo hasta exentos de polvillo, con un tamaño granular de unas 500 a 2000 micras, los cuales se distinguen por un tamaño granular

uniforme y de forma estable, por gran resistencia mecánica, por la capacidad de derrame y por buen comportamiento solvente, como humectación, dispersabilidad y rapidez de disolución. En particular, no forman polvillo durante el transporte ni durante la elaboración.

5.

El procedimiento de este invento es muy apropiado para la preparación de granulados a base de sustancias termosensibles, porque permite un trabajo preservador. Para sustancias especialmente sensibles, se puede secar la sustancia por más tiempo a temperatura más baja.

10.

Los granulados obtenidos por el procedimiento de este invento pueden contener, junto a suplementos sólidos y líquidos de punto de ebullición alto, que se aportan con el líquido granulador, pequeñas proporciones del líquido granulador, y la proporción de éste se halla en el orden de magnitud del contenido de humedad de los materiales de partida pulverulentos.

15.

El invento atañe además a una instalación para preparar granulados por granulación rodante estructural de sustancias pulverulentas y líquido granulador, con un tambor de granulación girable a motor en torno a su eje en posición oblicua, tambor cuyo extremo del lado de entrada, situado más alto, está conectado a un dispositivo dosificador de polvo, mientras el extremo del lado de salida, situado más bajo, está conectado, de preferencia pasando por un triturador de terrones,

20.

25.

a un secador, y en cuyo interior están dispuestas boquillas aspersoras alimentadas por un dispositivo dosificador del líquido granulador.

- Las instalaciones de este tipo que se han
5. dado a conocer hasta ahora presentan diversos defectos. En particular, no pueden ser utilizadas, o sólo pueden serlo de manera muy limitada, para substancias finamente pulverulentas, solubles, higroscópicas, pegajosas en estado húmedo y en parte plásticas. Las partículas higroscópicas muy finas se humectan en seguida al ser
10. arrastradas por la neblina de aspersion y se pegan a las boquillas y a la pared del tambor. Una alta solubilidad y/o higroscopicidad de los productos o de los componentes de la mezcla conduce muy rápidamente a la
15. formación de incrustaciones, sobre todo en la zona de aspersion, donde puede imperar cualquier humedad de ambiente. La incrustación se desprende de la pared del tambor y cae sobre la capa en revolvimiento, lo cual conduce la mayoría de las veces a la formación
20. de terrones. Los colorantes solubles, por ejemplo, con 5 a 15 % de humedad residual (según el producto) tienen tenacidad plástica y son pegajosos. Los terrones que se producen en esta gama de humedad son difíciles de desmenuzar.
25. Ahora se ha descubierto que el campo de aplicación, específico para el producto y el procedimiento, de instalaciones del tipo descrito puede ser ensanchado de manera muy sencilla. Ello se logra, de acuerdo con el invento, haciendo que el tambor de gra-

- nulación esté conectado a un soplador de tal modo que dentro del tambor sea posible crear una corriente de aire dirigida desde la entrada hacia la salida. Con esta sola medida puede lograrse ya un ensanchamiento considerable del campo de empleo de la instalación específico para el producto y el procedimiento. Pero se ha descubierto además que el campo de aplicación puede ensancharse todavía más mediante la regulabilidad del ángulo de inclinación del tambor granulador y/o mediante la regulabilidad lo más polifacética posible de las boquillas y/o un triturador de terrones de construcción especial. Todas estas medidas están descritas en concreto en las reivindicaciones de esta solicitud.
- 5.
- 10.

- Esta instalación es particularmente apta para la realización del procedimiento inventivo que se ha descrito antes, porque tal procedimiento se desarrolla con humedad de granulación relativamente alta.
- 15.

- A continuación se explica detenidamente la instalación de este invento basándose en un ejemplo de realización representado en las figuras. Estas muestran:
- 20.

- Fig. 1: una representación general, esquemática, de la instalación.
- Fig. 2: una vista de detalle, en perspectiva, tomada en el sentido de la flecha II y oblicuamente sobre el plano de dibujo de la figura 1, en escala ampliada.
- 25.
- Fig. 3: Un corte por la línea III-III de la figura 1, asimismo en escala ampliada.

En las figuras se designa: el dispositivo dosificador de polvo, con PD; el tambor de granulación, con GT; el dispositivo dosificador del líquido granulador, con FD; el triturador de terrones, con KB; y el secador, con TR.

5. El tambor de granulación GT está montado para girar y es accionable mediante motor. El número de revoluciones es regulable, de preferencia sin escalones, en una gama de 5 a 50 r.p.m. aproximadamente.

10. Su inclinación respecto a la horizontal es ajustable a voluntad, de preferencia en una escala de 1 a 5° más o menos. La regulabilidad de la inclinación está indicada en las figuras 1 y 3 por un soporte 1 a modo de mesa, ajustable en giro en torno a un eje 2 y fijable

15. en la posición que se desee. El tambor de granulación descansa sobre dos rodillos 60 y 61 montados en este soporte, de los cuales uno es accionable por medio de un motor que no se ha representado.

20. El dispositivo dosificador de polvo PD es del tipo de construcción convencional y comprende dos depósitos de provisión 3a y 3b, dos tornillos dosificadores 4a y 4b y una balanza dosificadora 5 para cintas transportadoras, ya de sí conocida. La descarga 6 del dispositivo dosificador PD desemboca, por una

25. abertura central de una chapa cobertora 7 del lado frontal, en la parte superior del tambor de granulación GT. El dispositivo dosificador del líquido granulador FD es asimismo de tipo convencional y comprende un

depósito de provisión 8 y una bomba dosificadora 9. De la bomba dosificadora 9 un conducto 10 lleva a través de una caperuza cobertora 11 a las boquillas 12, 13, 14 y 15, dispuestas dentro del tambor de granulación GT.

5.

El triturador de terrones KB está conectado en el lado de la entrada por un conducto 16 en forma de fuelle a la descarga de granulado de la caperuza cobertora 11 del tambor de granulación GR. La descarga del triturador de terrones desemboca en la entrada de producto 17 del secador TR.

10.

El secador TR es un secador corriente de los llamados de lecho fluente, con dos cámaras de entrada de aire y con movimiento de vibración dirigido oblicuamente y de amplitud regulable. El secador TR está conectado a un dispositivo acondicionador de aire LA, construido también de modo convencional y que comprende, entre otras cosas, un filtro 18, un soplador 19 y dos cambiadores de calor 20a y 20b.

15.

20.

A la descarga de producto 21 del secador TR está conectada una cámara tamizadora 22. A la descarga 23 de material fino situada bajo el tamiz 22s (tamiz de vibración) de esta cámara está conectado un depósito de grano bueno 24. La cúpula del secador está conectada por medio de un conducto 26 y una cámara de filtro 27 a un soplador de succión 70. Mediante este conducto 26 se aspiran del secador las porciones finas. Estas son retenidas en la cámara de filtro y caen hacia abajo, por una

25.

5. parte 28 en forma de embudo, dentro de un depósito 29 conectado a dicha cámara. En esta parte en forma de embudo desemboca además un conducto procedente de la descarga de gruesos 25 de la cámara tamizadora. En el depósito 29 se recogen por tanto los granos demasiado gruesos y los demasiado finos.

10. Las comunicaciones entre el secador TR, el triturador de terrones KB y el tambor de granulación GR y la entrada de la descarga de dosificación 6 en el último son tan herméticas, que a consecuencia de la acción de succión del soplador 70 puede formarse dentro del tambor de granulación una corriente de aire de 0,02 a 0,2 m/s aproximadamente.

15. Como se ve por la figura 2, el tambor de granulación GT presenta en el extremo inferior una brida circular 30, relativamente baja y proyectada hacia dentro, que forma una especie de aliviadero para el producto. Esta brida es cambiable, por lo que la altura del aliviadero puede variarse fácilmente. La caperuza 20. 11 encierra el extremo inferior del tambor de modo impermeable al polvillo y, hasta cierto grado, al gas. La caperuza cobertora está provista de puertas correderizas 38a y 38b en su lado frontal.

25. Las boquillas 12 a 15 asientan en un soporte 31 en forma de barra, que por su parte está sujeto por medio de un zuncho dentro de la caperuza 11. Este zuncho permite una ajustabilidad universal, simbolizada por

las flechas X, Y y Z, de las boquillas en el sentido longitudinal (X), en el sentido vertical (Y) y respecto al ángulo (Z). Para ello comprende el zuncho una pieza 40 con dos grapas 32 y 33 situadas perpendicularmente una respecto a otra y de las cuales una (32) está montada de modo corrible y fijable en una varilla 34 sujeta perpendicularmente en la caperuza, mientras la otra (33) asienta sobre una segunda varilla 35 que se extiende paralelamente respecto al eje longitudinal del portaboquillas 31 en forma de barra y está firmemente unida con éste por una pieza 36. La grapa 32 permite la regulación Y en altura y la grapa 33 permite la regulación longitudinal X y la regulación angular Z.

Las boquillas aspersoras 12 a 15 están conectadas por medio de un colector 37 al conducto 10 aportador de líquido granulador. Este colector presenta para cada boquilla aspersora una válvula 12v, 13v, 14v y 15v. Las boquillas aspersoras son preferentemente boquillas de presión de una sola materia, con cuerpo de rayado espiral y con 0,1 a 1,0 mm aproximadamente de diámetro del agujero. El cuerpo de rayado espiral es cambiabile, por lo que el ángulo del cono de aspersión es regulable.

Como se ve por la figura 3, el tambor de granulación está provisto por dentro con nervaduras 41 paralelas al eje. La altura de estas nervaduras es aproximadamente de unos 20 mm. Encima de la serie de boquillas 12 a 15 está dispuesta a modo de techo una

chapa protectora 42. La chapa protectora 42 y el porta-boquillas 31 están conectados a un vibrador 43.

5. Como se ve en la figura 2, el triturador de terrones KB se compone de un tambor tamizador 50 accionable por medio de un motor 51 y que por debajo está rodeado a distancia por un tamiz 52 a modo de canaleta. Esta novedosa disposición de tamiz doble se halla en la parte inferior de una caja 53 en forma de embudo y el tamiz inferior 52 es solidario, en sus dos

10. bordes, de las paredes de la caja, pero está sujeto de modo que pueda ser cambiado con facilidad. La distancia entre los dos tamices 50 y 52 es ajustable a discreción e importa preferentemente de 5 a 15 mm. El número de revoluciones del tamiz 50 es regulable entre

15. 40 y 120. La luz de mallas de cada uno de los tamices importa preferentemente unos 8 mm. Ambos tamices están dispuestos, según se representa, de modo que sus almas se extiendan preferentemente en ángulo de unos 45° una respecto a otra.

20. El funcionamiento de la instalación representada es el siguiente:

La instalación trabaja en continuo.

25. El producto que se ha de granular se alimenta continuamente desde el dispositivo dosificador de polvo PD, pasando por su descarga 6, al extremo superior del tambor de granulación giratorio GR. Al mismo tiempo el dispositivo dosificador de líquido FD rocía, asimismo continuamente, líquido granulador por las boquillas 12 a 15 dentro del tambor de granulación.

El soplador 70 está para ello ajustado de modo que dentro del tambor de granulación se origina (vía 27-26-TR-17-KB-16-11) una corriente de aire con velocidad de 0,02 a 0,2 m/s aproximadamente.

5. La dosificación del polvo y la del líquido, el número de revoluciones del tambor de granulación y la inclinación de éste, así como el número de boquillas aspersoras activas y la posición de éstas, la dirección de la aspersión y el cono de aspersión, se acomodan al material que se ha de granular. Puede además influirse en la característica de la granulación mediante la altura del aliviadero 30 (Fig. 2).

15. La operación de granulación es visible de la mejor manera en la figura 3. Durante la operación de granulación el vibrador 43 está puesto en marcha. De esta manera se evita ampliamente la formación de incrustaciones sobre la chapa protectora 42 y en el portaboquillas 31.

20. El granulado húmedo formado por la granulación estructural dentro del tambor cae dentro del triturador de terrones KB. Los terrones eventualmente presentes son aplastados allí con fuerzas de cizallamiento relativamente pequeñas entre los tamices 52 y 50. Del triturador de terrones el producto cae en el secador TR.

25. En el secador TR la porción de finos es arrastrada hacia arriba con el aire de salida, durante la operación de secamiento, hacia el filtro 27. El secador actúa pues complementariamente como aventador. Las condiciones de circulación de aire dentro de la capucha del secador o en el domo son determinantes para el aven-

5. tamiento. La depresión en el domo del secador se regula entre unos 50 y 70 Nm⁻². A la salida 21 del secador el granulado es dividido en la cámara tamizadora 22 en "grano bueno" y "grano excesivo". El "grano bueno" cae en el depósito 24 y el "grano excesivo" en el depósito 29. A este último llegan también las porciones demasiado finas vía 26-27-28.

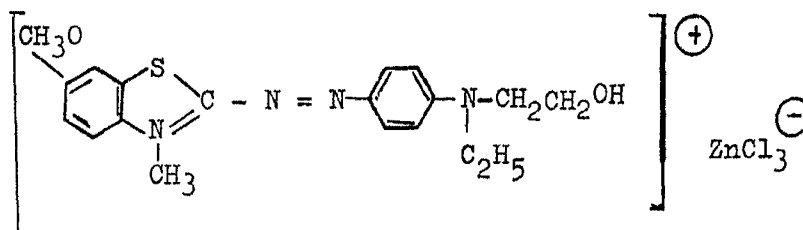
10. Los ejemplos que siguen ilustran el procedimiento de este invento a base de una instalación discontinua de laboratorio, sin implicar limitación. Las temperaturas están expresadas en grados centígrados.

Respecto a las sustancias utilizadas en los ejemplos, se trata, mientras no se indique otra cosa, de género encabezado corriente en el comercio.

15. El contenido de agua del granulado húmedo se compone acuí de la cantidad de líquido aplicada por aspersion y el contenido de líquido de la sustancia de partida.

Ejemplo 1

20. 100 g del colorante seco de la fórmula



25. al que se ha quitado el polvillo, se depositan en forma de polvo en un tambor de postaglomeración de 20 cm de

diámetro y 20 cm de longitud y se pone éste en rotación (25 rpm).

En un vaso de precipitados se mezclan conjuntamente 50 g de líquido granulador de la composición:

5. 85 % de agua,
 10 % de polioxipropilenglicol y
 5 % de un aducto de estearildifeniloxietildietilenti-
 triamina y óxido de etileno

y se remueve durante 10 minutos con el agitador magnético hasta obtener una solución homogénea.

10.

Mediante la bomba de presión del tubo de goma se transporta el líquido granulador sin sacudidas a las boquillas aspersoras. Para un caudal de líquido de 6 g/minuto se ajusta en la boquilla para dos materias un tamaño de gotitas de 10 a 100 micras con cono de aspersión apropiado. Se introduce la boquilla en el tambor por la abertura lateral de éste y se rocía uniformemente durante 1,7 minutos el polvo de colorante movido.

15.

20.

A continuación se saca del tambor la boquilla y se voltea posteriormente durante un minuto más, aproximadamente, el polvo aglomerado.

25.

Se transfieren a la instalación secadora de lecho turbulento 110 g del aglomerado húmedo y se le seca durante 4 minutos con 90 a 100° de temperatura del aire. La velocidad de la corriente en el tubo vacío es de 0,4 m/segundo aproximadamente con 100° de temperatura del aire.

La porción de finos todavía presente o el polvo fino que se origina durante el secamiento se segregan en el ciclón conectado a continuación y pueden ser devueltos a la postaglomeración.

5. El contenido de humedad del aglomerado a partir del tambor fue de 9,5 %, mientras que el producto aglomerado desecado presenta un contenido de agua de 1 %.

Se obtiene alrededor de 100 g de granulado de colorante pobre en polvillo, derramable y de forma estable, que tiene la composición:

10. 97,5 % del colorante citado antes,
1,0 % de polioxipropilenglicol,
0,5 % de aducto de estearildifeniloxietildietilentríammina y óxido de etileno y
15. 1,0 % de agua.

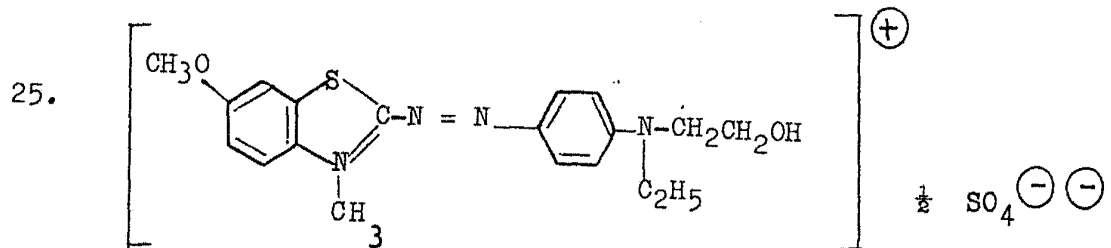
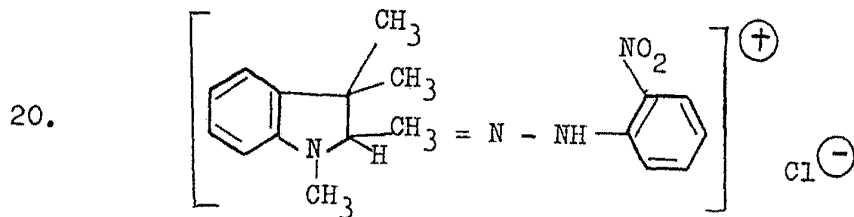
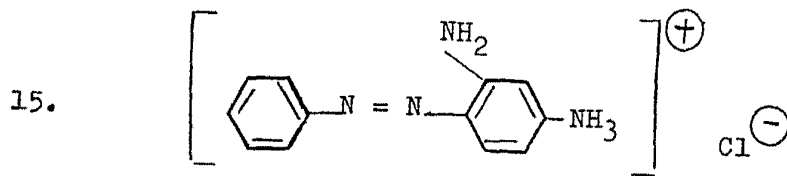
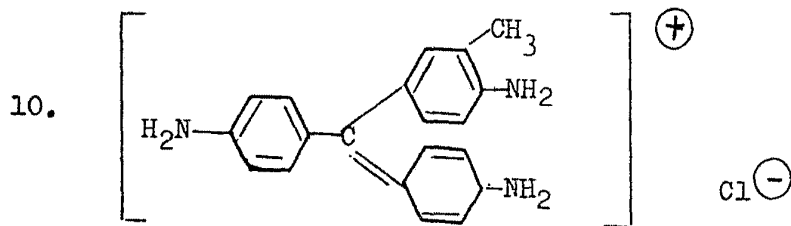
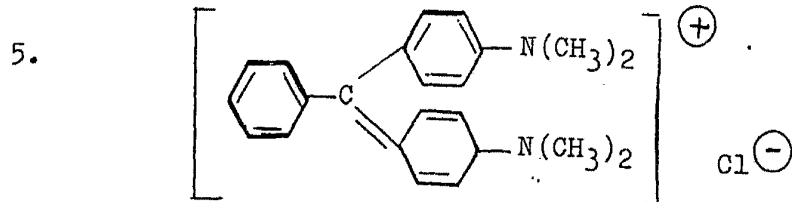
Este granulado, almacenado al aire, conserva su constitución y su forma.

20. Comparado con el polvo de colorante, este granulado presenta mejor humectabilidad y por tanto también buen comportamiento solvente.

25. Si se procede de acuerdo con el método de este Ejemplo 1, pero empleando los componentes y las condiciones de trabajo que se mencionan en los Ejemplos 2 a 16 que siguen, se obtienen granulados de la composición que se indica en dichos ejemplos.

Ejemplo 2

Substancia: Mezcla colorante a base de los colorantes
de las fórmulas



Volumen de la preparación: 100 g

Líquido granulador:

Composición: 75 % en peso de agua y
25 % en peso de aceite de parafina y
emulgente no iónico.

5.

Cantidad: 9 g

Tiempo de permanencia en el tambor: 2,5 minutos.

Contenido de agua del granulado húmedo: 8,4 %.

Temperatura de secado: 90 a 100°.

10.

Tiempo de permanencia en el secador: 3 minutos.

Composición del granulado:

96,0 % en peso de mezcla de colorantes,
2,2 % en peso de mezcla de aceite de parafina y
emulgente no ionógeno y

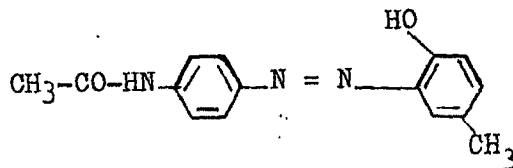
15.

1,8 % en peso de agua.

Ejemplo 3

Substancia: Colorante de la fórmula

20.



Volumen de la preparación: 100 g

Líquido granulador:

25.

Composición: 40 % en peso de dextrina,
10 % en peso de polioxipropilenglicol y
50 % en peso de agua.

Cantidad: 30 g

Tiempo de permanencia en el tambor: 6 minutos.

Contenido de agua del granulado húmedo: 13,4 %.

Temperatura de secado: 90 a 100°.

5. Tiempo de permanencia en el secador: 7 minutos.

Composición del granulado:

84,0 % en peso de colorante,

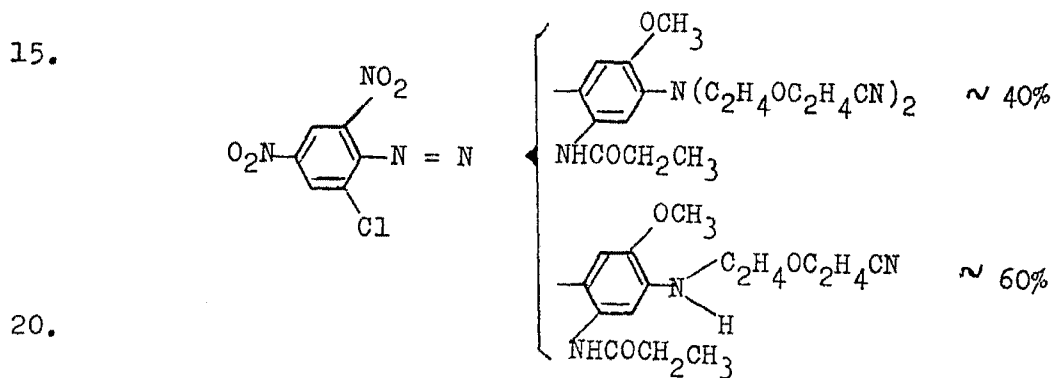
10,1 % en peso de dextrina,

2,5 % en peso de polioxipropilenglicol y

10. 3,5 % en peso de agua.

Ejemplo 4

Substancia: Mezcla colorante de



Volumen de la preparación: 100 g

Líquido granulador:

Composición: 95 % en peso de agua y

5 % en peso de sulfonato de lignina.

25. Cantidad: 30 g

Tiempo de permanencia en el tambor: 6 minutos.

Contenido de agua del granulado húmedo: 25,- %.

Temperatura de secado: 90 a 100°.

Tiempo de permanencia en el secador: 11 minutos.

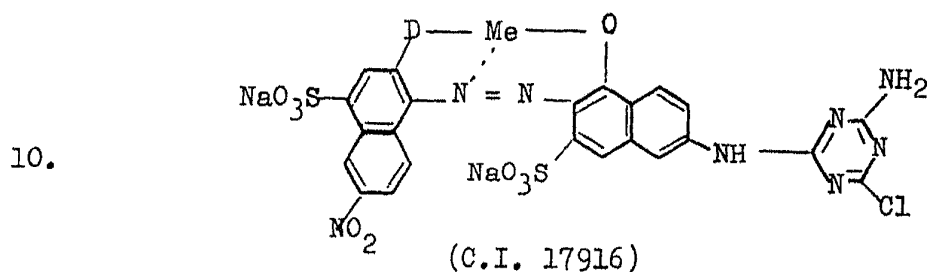
Composición del granulado:

- 93,0 % en peso de mezcla de colorantes,
- 1,2 % en peso de sulfonato de lignina y
- 5,8 % en peso de agua.

5.

Ejemplo 5

Substancia: Colorante de la fórmula



Volumen de la preparación: 300 g.

Líquido granulador:

- 15.
- Composición: 70 % en peso de agua,
 - 20 % en peso de dextrina y
 - 10 % en peso de mezcla de ácido mineral-sulfónico y emulgente.

Cantidad: 90 g.

Tiempo de permanencia en el tambor: 16 minutos.

20. Contenido de agua del granulado húmedo: 17,4 %.

Temperatura de secado: 100 a 120°.

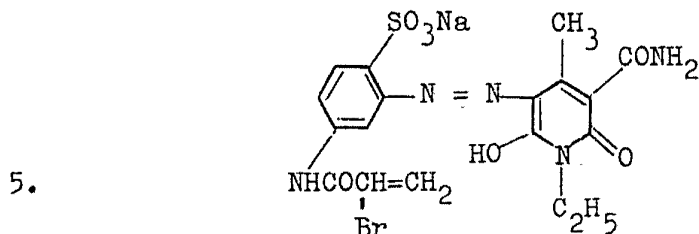
Tiempo de permanencia en el secador: 20 minutos.

Composición del granulado:

- 25.
- 90,4 % en peso de colorante,
 - 5,4 % en peso de dextrina,
 - 2,7 % en peso de mezcla de ácido mineral-sulfónico y emulgente y
 - 1,5 % en peso de agua.

Ejemplo 6

Substancia: Colorante de la fórmula



Volumen de la preparación: 100 g.

Líquido granulador:

Composición: 65 % en peso de agua y

10. 35 % en peso de mezcla de ácido mine-
ralsulfónico y emulgente.

Cantidad: 15 g.

Tiempo de permanencia en el tambor: 3,5 minutos.

Contenido de agua del granulado húmedo: 13,8 %.

15. Temperatura de secado: 90 a 110°.

Tiempo de permanencia en el secador: 4 minutos.

Composición del granulado:

92,5 % en peso de colorante,

20. 4,9 % en peso de mezcla de ácido mineralsulfónico
y emulgente y

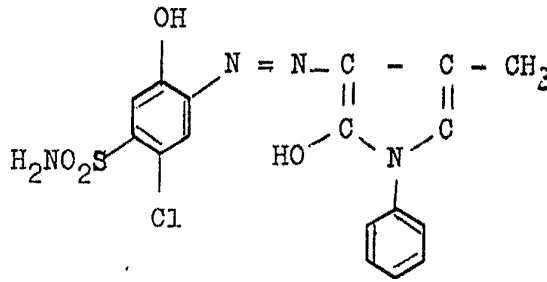
2,6 % en peso de agua.

Ejemplo 7

Substancia: Colorante de la fórmula

25. Complejo de cromo 1:2 de

5.



Volumen de la preparación: 250 g.

Líquido granulador:

Composición: 80 % en peso de agua y

10.

20 % en peso de mezcla de ácido minerealsulfónico y emulgente.

Cantidad: 100 g.

Tiempo de permanencia en el tambor: 13,5 minutos.

Contenido de agua del granulado húmedo: 26,3 %.

15.

Temperatura de secado: 90 a 110°.

Tiempo de permanencia en el secador: 20 minutos.

Composición del granulado:

91,2 % en peso de colorante,

20.

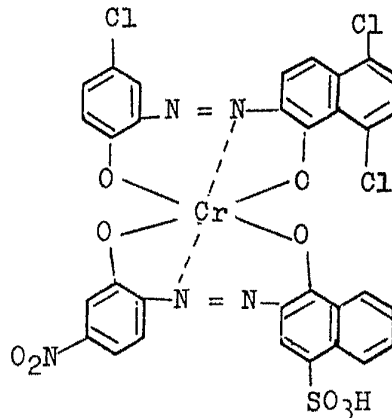
7,3 % en peso de mezcla de ácido minerealsulfónico y emulgente y

1,5 % en peso de agua.

Ejemplo 8

Substancia: Colorante de la fórmula

25.



Volumen de la preparación: 500 g.

Líquido granulador:

5. Composición: 70 % en peso de agua,
20 % en peso de dextrina,
5 % en peso de alcohol polivinílico y
5 % en peso de mezcla de ácido mine-
ralsulfónico y emulgente.

Cantidad: 240 g.

Tiempo de permanencia en el tambor: 20 minutos.

10. Contenido de agua del granulado húmedo: 26,7 %.

Temperatura de secado: 100 a 120°.

Tiempo de permanencia en el secador: 28 minutos.

Composición del granulado:

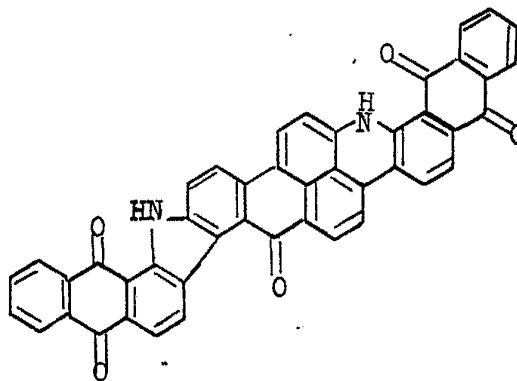
15. 85,2 % en peso de colorante,
8,2 % en peso de dextrina,
2,1 % en peso de alcohol polivinílico,
2,1 % en peso de mezcla de ácido mineralsulfónico
y emulgente y
2,4 % en peso de agua.

20.

Ejemplo 9

Substancia: Colorante de la fórmula

25.



3-4 01

Volumen de la preparación: 500 g.

Líquido granulador:

Composición: 80 % en peso de agua y
20 % en peso de ácido mineralsulfónico
y emulgente.

5.

Cantidad: 125 g.

Tiempo de permanencia en el tambor: 20 minutos.

Contenido de agua del granulado húmedo: 20,0 %.

Temperatura de secado: 90 a 100°.

10.

Tiempo de permanencia en el secador: 18 minutos.

Composición del granulado:

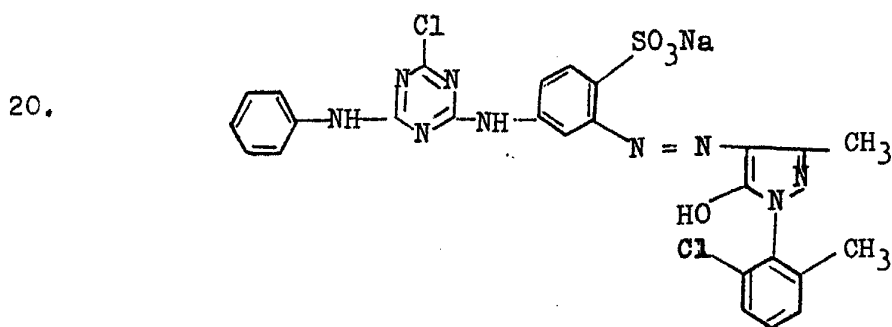
93,0 % en peso de colorante,
4,7 % en peso de mezcla de ácido mineralsulfónico
y emulgente y

15.

2,3 % en peso de agua.

Ejemplo 10

Substancia: Colorante de la fórmula



25.

Volumen de la preparación: 100 g.

Líquido granulador:

Composición: 70 % en peso de agua,
10 % en peso de ácido mineralsulfónico
y emulgente y
20 % de dextrina.

- Cantidad: 36 g.
- Tiempo de permanencia en el tambor: 11 minutos.
- Contenido de agua del granulado húmedo: 21,3 %.
- Temperatura de secado: 100 a 120°.
5. Tiempo de permanencia en el secador: 5 minutos.
- Composición del granulado:
- 84,3 % en peso de colorante,
- 6,1 % en peso de dextrina,
- 3,0 % en peso de mezcla de ácido mineral sulfónico
10. y emulgente y
- 6,6 % en peso de agua.

Ejemplo 11

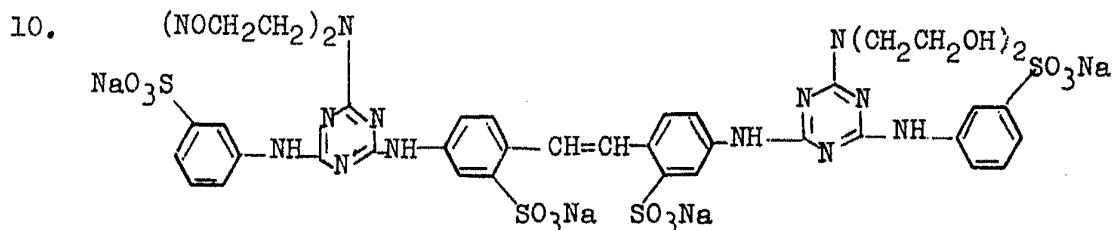
- Substancia: Colorante a base de
15. producto de condensación de ácido p-nitro-
toluensulfónico
- con lejía de sosa cáustica.
- Volumen de la preparación: 100 g.
- Líquido granulador:
- Composición: 75 % en peso de agua,
20. 20 % en peso de dextrina y
- 5 % de mezcla de ácido mineral sulfónico y emulgente.
- Cantidad: 30 g.
- Tiempo de permanencia en el tambor: 7 minutos.
25. Contenido de agua del granulado húmedo: 19,8 %.
- Temperatura de secado: 110 a 120°.
- Tiempo de permanencia en el secador: 5 minutos.

Composición del granulado:

- 91,6 % en peso de colorante,
 - 5,5 % en peso de dextrina,
 - 1,4 % en peso de mezcla de ácido mineral sulfónico
5. y emulgente y
- 1,5 % de agua.

Ejemplo 12

Substancia: Aclarador óptico de la fórmula



Volumen de la preparación: 100 g.

15. Líquido granulador:
- Composición: 80 % en peso de agua,
 - 20 % en peso de éter alquilfenolpoliglicólico.

Cantidad: 42 g.

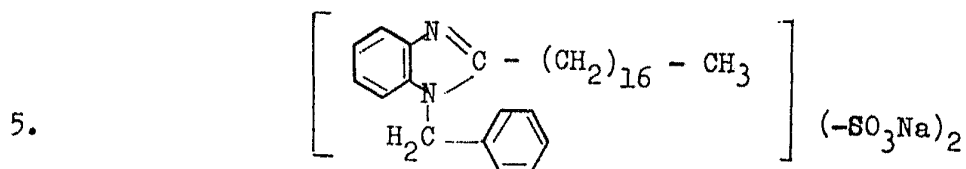
20. Tiempo de permanencia en el tambor: 8 minutos.
- Contenido de agua del granulado húmedo: 26,9 %.
- Temperatura de secado: 90 a 110°.
- Tiempo de permanencia en el secador: 7 minutos.

Composición del granulado:

- 25.
- 87,8 % en peso de aclarador óptico,
 - 7,4 % en peso de éter alquilfenolpoliglicólico y
 - 4,8 % en peso de agua.

Ejemplo 13

Substancia: Detergente sintético de la fórmula



Volumen de la preparación: 500 g.

Líquido granulador:

Composición: 100 % en peso de agua.

10. Cantidad: 54 g.

Tiempo de permanencia en el tambor: 21 minutos.

Contenido de agua del granulado húmedo: 12,1 %.

Temperatura de secado: 90 a 110°.

Tiempo de permanencia en el secador: 20 minutos.

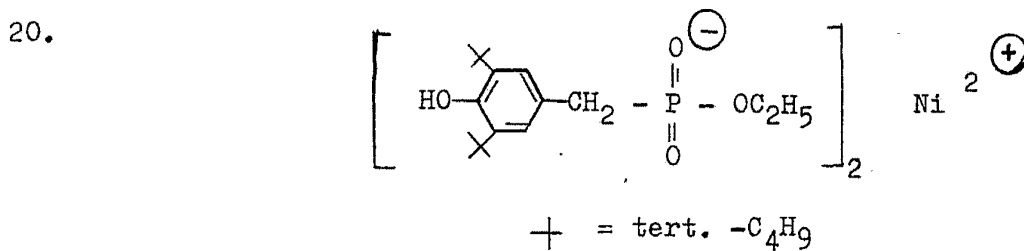
15. Composición del granulado:

99,4 % en peso de detergente sintético y

0,6 % en peso de agua.

Ejemplo 14

Substancia: (Aditivo para plásticos)



Volumen de la preparación: 100 g.

25. Líquido granulador:

Composición: 80 % en peso de agua y

20 % en peso de aceite de parafina.

Cantidad: 30 g.

Tiempo de permanencia en el tambor: 6 minutos.
Contenido de agua del granulado húmedo: 19,7 %.
Temperatura de secado: 90 a 100°.
Tiempo de permanencia en el secador: 5 minutos.

5. Composición del granulado:
92,9 % en peso de la sustancia en cuestión,
5,6 % en peso de aceite de parafina y
1,5 % en peso de agua.

Ejemplo 15

10. Substancia: Dextrina (género puro, sin encabezamiento)
Volumen de la preparación: 200 g.
Líquido granulador:
Composición: 100 % en peso de agua.
Cantidad: 9 g.

15. Tiempo de permanencia en el tambor: 3 minutos.
Contenido de agua del granulado húmedo: 12,9 %.
Temperatura de secado: 50 a 60°.
Tiempo de permanencia en el secador: 6 minutos.

Composición del granulado:

20. 93,5 % en peso de dextrina y
6,5 % en peso de agua.

Ejemplo 16

- Substancia: Harina blanca (género puro, sin encabezamiento)
25. Volumen de la preparación: 100 g.

Líquido granulador:

Composición: 100 % de agua.

Cantidad: 20 g.

Tiempo de permanencia en el tambor: 4,3 minutos.

5. Contenido de agua del granulado húmedo: 26,7 %.

Temperatura de secado: 90 a 110°.

Tiempo de permanencia en el secador: 6 minutos.

Composición del granulado:

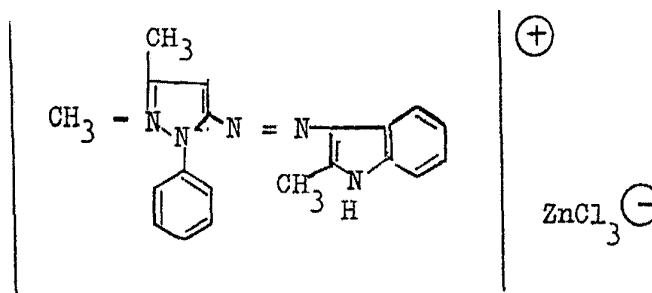
95,5 % en peso de harina blanca y

10. 4,5 % en peso de agua.

Ejemplo 17

Substancia: Colorante de la fórmula

15.



20.

Volumen de la preparación: 500 g.

Líquido granulador: 70 % en peso de agua,

20 % en peso de dextrina y

10 % en peso de mezcla de ácido

mineral y emulgente.

Cantidad: 115 g.

Tiempo de permanencia en el tambor: 20 minutos.

Contenido de agua del granulado húmedo: 20,0 %.

Temperatura de secado: 65 a 75°.

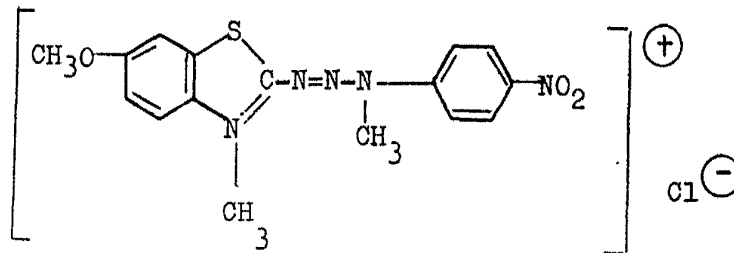
Tiempo de permanencia en el secador: 18 minutos.

Composición del granulado:

5. 90,5 % en peso de colorante,
4,6 % en peso de dextrina,
2,3 % en peso de mezcla de ácido mineral y
emulgente y
2,6 % en peso de agua.

Ejemplo 18

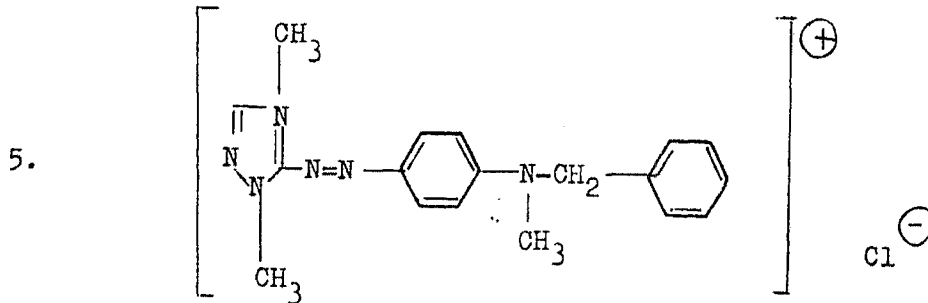
10. Substancia: Colorante de la fórmula



15. Volumen de la preparación: 500 g.
Líquido granulador:
Composición: 50 % en peso de agua y
50 % en peso de carbonato de etileno.
Cantidad: 70 g.
20. Tiempo de permanencia en el tambor: 13 minutos.
Contenido de agua del granulado húmedo: 10,3 %.
Temperatura de secado: 50 a 60°.
Tiempo de permanencia en el secador: 16 minutos.
Composición del granulado:
25. 86,4 % en peso de colorante,
6,0 % en peso de carbonato de etileno y
7,6 % en peso de agua.

Ejemplo 19

Substancia: Colorante de la fórmula



Volumen de la preparación: 300 g.

Líquido granulador:

10. Composición: 50 % en peso de agua y
50 % en peso de carbonato de etileno.

Cantidad: 55 g.

Tiempo de permanencia en el tambor: 10 minutos.

Contenido de agua del granulado húmedo: 17,3 %.

15. Temperatura de secado: 60 a 70°.

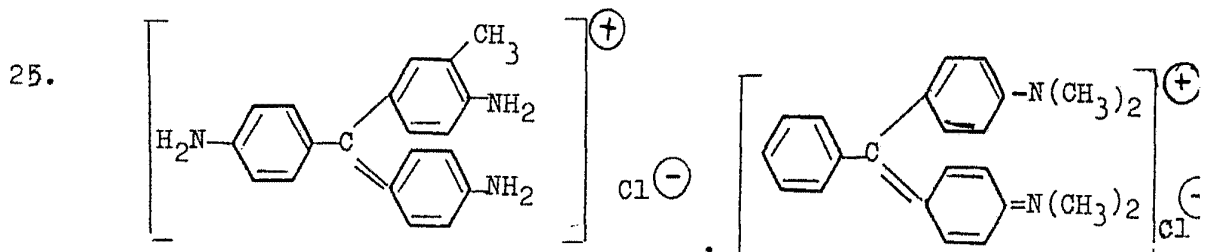
Tiempo de permanencia en el secador: 14 minutos.

Composición del granulado:

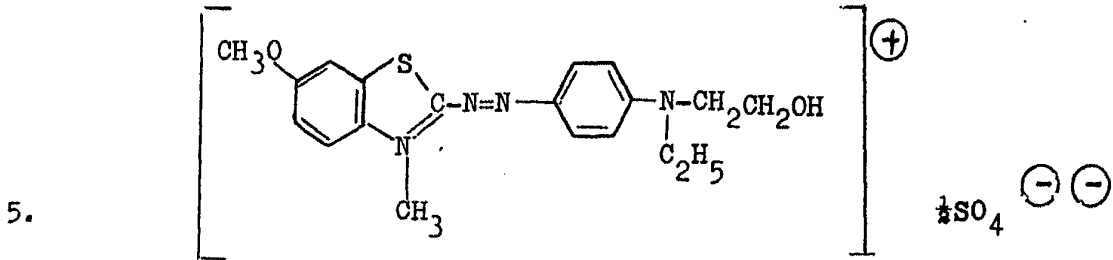
20. 85,9 % en peso de colorante,
7,9 % en peso de carbonato de etileno y
6,2 % en peso de agua.

Ejemplo 20

Substancia: Mezcla de colorantes a base de



y



Volumen de la preparación: 500 g.

Líquido granulador:

- Composición: 60 % en peso de agua,
 10. 30 % en peso de éter alquifenolpoliglicólico y
 10 % en peso de aceite de parafina y emulgente no iónico.

Cantidad: 33 g.

15. Tiempo de permanencia en el tambor: 6,5 minutos.
 Contenido de agua del granulado húmedo: 6,9 %.
 Temperatura de secado: 70 a 80°.
 Tiempo de permanencia en el secador: 8 minutos.
 Composición del granulado:

20. 96,6 % en peso de colorante,
 1,9 % en peso de éter alquifenolpoliglicólico,
 0,7 % en peso de mezcla de aceite de parafina y emulgente no iónico y
 0,8 % en peso de agua.

25. Ejemplo 21

Substancia: Agente exterminador de malas hierbas a base de

Volumen de la preparación: 100 g.

Líquido granulador:

Composición: 100 % en peso de agua.

Cantidad: 20 g.

5. Tiempo de permanencia en el tambor: 6 minutos.
Contenido de agua del granulado húmedo: 18,0 %.
Temperatura de secado: 70 a 85°.
Tiempo de permanencia en el secador: 5 minutos.
Composición del granulado:
10. 99,2 % en peso de agente exterminador de malas
hierbas y
0,8 % en peso de agua

N O T A

Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones:

15. 1. Procedimiento para la composición de granulados por aportación de un líquido de granulación a una sustancia pulverulenta que está sometida a un movimiento rotante, caracterizado por aportarse tanto líquido de granulación que se supere la humedad de equilibrio de la sustancia y por volverse a secar a continuación inmediata hasta la humedad de equilibrio o por debajo de ella esta sustancia húmeda, con la condición de que la cantidad aportada de líquido de granulación importe de 5 a 300 % en peso respecto a la cantidad de sustancia.
- 20.
- 25.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado en que el líquido de granulación es agua.
3. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado en que al líquido de granulación están agregados todavía otros aditamentos en cantidades de 0,1 a 50 % en peso respecto al líquido de granulación.
4. Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado en que los otros aditamentos son humectantes o dispersantes o aglomerantes.
10. 5. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado en que el líquido de granulación presenta una temperatura de 10 a 80° C, y en particular de 15 a 25° C.
15. 6. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado en que el líquido de granulación se nebuliza sobre la sustancia en movimiento.
20. 7. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado en que se aplica a la sustancia tanto líquido de granulación que la cantidad aportada de líquido sea de 5 a 40 % en peso respecto a la cantidad de sustancia.
8. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por emplearse en calidad de sustancia pulverulenta una sustancia orgánica.

9. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por emplearse en calidad de substancia pulverulenta un colorante.
5. 10. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por emplearse en calidad de substancia pulverulenta un pigmento, un aclarador óptico, un agente auxiliar textil, un detergente sintético, un aditivo para plásticos o polímeros.
10. 11. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por emplearse en calidad de substancia pulverulenta un pienso, un agente antiparasitario o fitoprotector o un herbicida.
15. 12. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por emplearse en calidad de substancia pulverulenta un producto farmacéutico, un antimicrobiano o un bacteriostático.
20. 13. Instalación para la composición de granulados por granulación estructural de volteo a partir de substancias pulverulentas y líquido de granulación, con un tambor granulador girable mediante motor en torno a su eje situado oblicuamente, tambor que tiene su extremo superior, situado del lado de la entrada, conectado a un dispositivo dosificador de polvo y su extremo inferior, situado del lado de la salida, unido a un secador, prefe-

5. rentemente por medio de un triturador de terrones, y en el interior del cual están dispuestas toberas nebulizadoras alimentadas por un dispositivo dosificador del líquido de granulación, caracterizada en que el tambor granulador está conectado a un soplador de tal manera que dentro de él sea producible una corriente de aire dirigida de la entrada a la salida.
10. 14. Instalación conforme a la reivindicación 13, caracterizada en que el soplador está conectado por su lado de aspiración al secador y en que la unión entre el secador, el triturador de terrones y el tambor granulador es tan hermética que en esta sistema puede formarse una corriente de aire suficiente.
15. 15. Instalación conforme a las reivindicaciones 13 ó 14, caracterizada en que la velocidad de la corriente de aire dentro del tambor granulador es graduable en la escala de 0,02 a 0,2 m por segundo aproximadamente.
20. 16. Instalación conforme a la reivindicación 13, caracterizada en que el ángulo de inclinación del tambor granulador es regulable.
17. Instalación conforme a la reivindicación 13, caracterizada en que las toberas nebulizadoras están montadas sobre un soporte del tipo de barras que fundamentalmente se extiende en paralelo respecto al eje del

tambor granulador y en que este soporte es ajustable en giro en torno a su eje longitudinal.

5. 18. Instalación conforme a la reivindicación 17, caracterizada en que el soporte de las toberas es ajustable en el sentido de su eje longitudinal.
19. Instalación conforme a la reivindicación 17, caracterizada en que el soporte de las toberas es ajustable en sentido transversal respecto a su eje longitudinal.
10. 20. Instalación conforme a la reivindicación 13, caracterizada en que las cantidades de alimentación a las toberas son regulables individualmente y/o en grupos.
15. 21. Instalación conforme a la reivindicación 13, caracterizada en que el triturador de terrones está constituido por dos tamices dispuestos a distancia uno de otro y movibles por motor uno respecto a otro, entre los cuales es alimentable el material que se ha de desmenuzar.
20. 22. Instalación conforme a la reivindicación 21, caracterizada en que la distancia entre ambos tamices es regulable e importa de preferencia 5 a 15 mm.

459419

23. Instalación conforme a las reivindicaciones 21 ó 22, caracterizada en que un tamiz es estacionario y el otro está formado por un cilindro girable.
5. 24. Instalación conforme a la reivindicación 23, caracterizada en que el número de revoluciones del tamiz accionable es regulable.
10. 25. Procedimiento con su instalación de realización en sistema rodante para la fabricación de granulados.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva compuesta por 43 páginas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

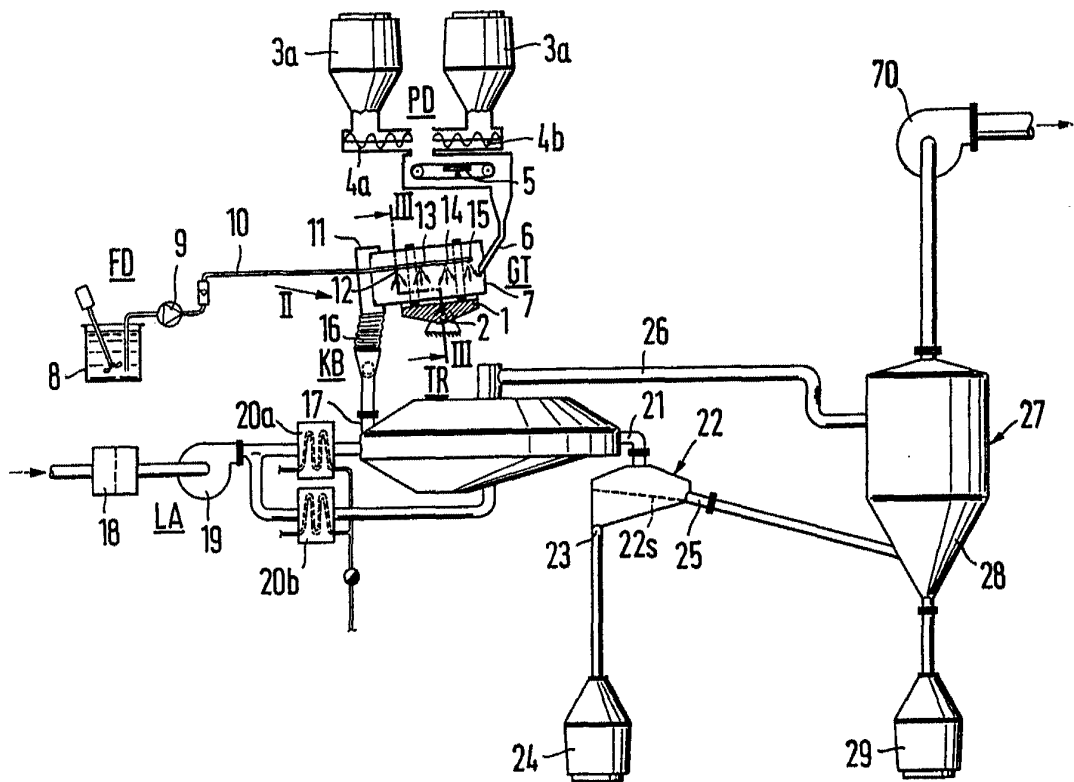
Madrid, a 24 Mayo de 1977

15.

p.a.

JAIMÉ ISERN CUYAS
p.p.

Fig. 1



Madrid, a 2 JUN. 1977.

p.a. JAIME ISERN p.p.

Firmado: JOSE F. NIETO

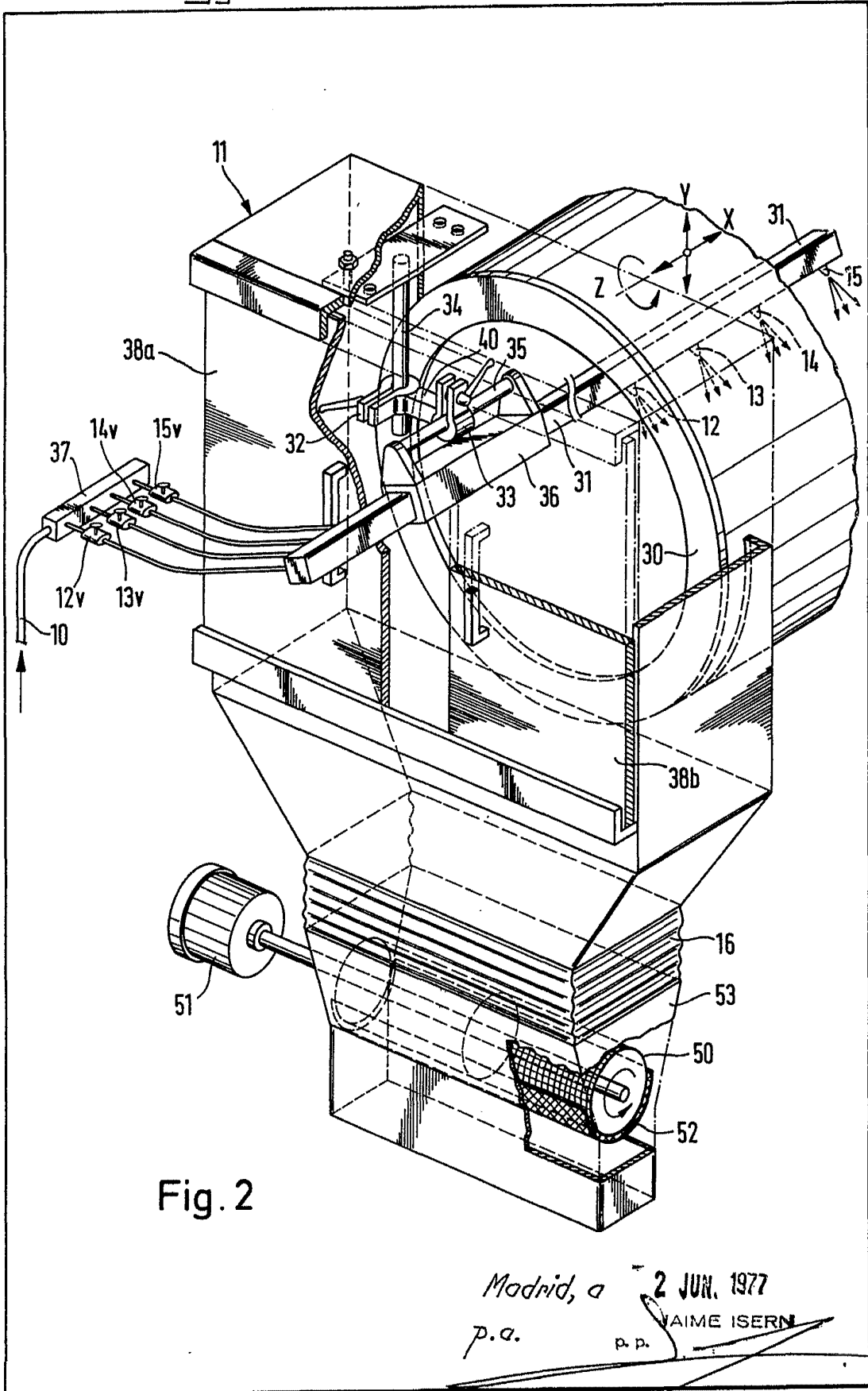


Fig. 2

Madrid, a 2 JUN. 1977
p.a. JAIME ISERN
p.p.

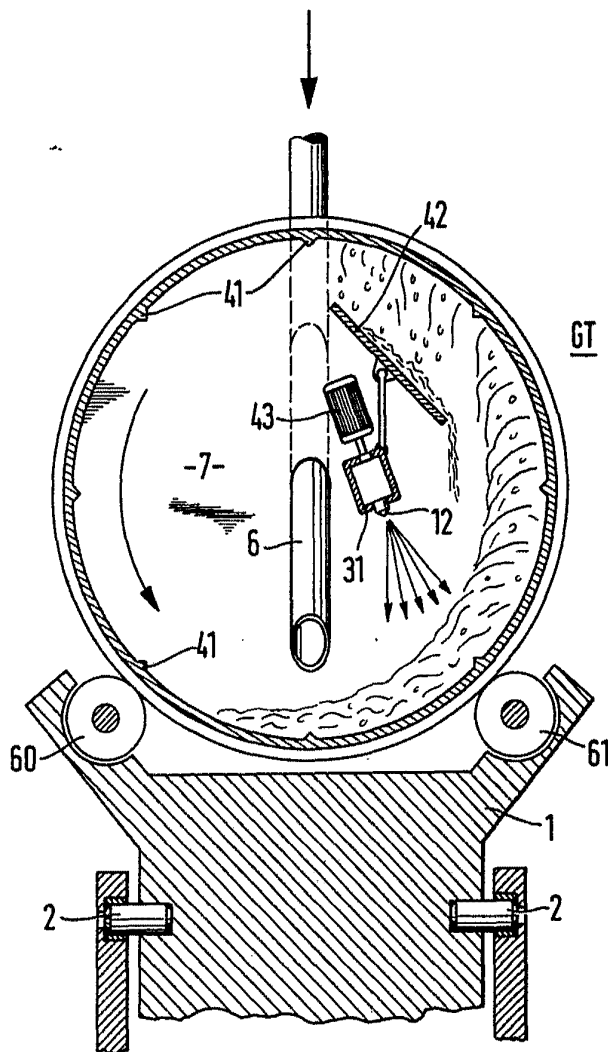


Fig. 3

Madrid, a 2 JUN. 1977

p. a.

JAIME ISERN

p. p.

Firmado: JOSE F. NIETO