



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11) **EP 1 275 709 A1**

(12) **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

(43) Veröffentlichungstag:
15.01.2003 Patentblatt 2003/03

(51) Int Cl.7: **C11D 3/39**, C11D 11/00,
C11D 17/06, C11D 3/20,
C11D 3/37

(21) Anmeldenummer: **02015331.8**

(22) Anmeldetag: **10.07.2002**

(84) Benannte Vertragsstaaten:
**AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR
IE IT LI LU MC NL PT SE SK TR**
Benannte Erstreckungsstaaten:
AL LT LV MK RO SI

(72) Erfinder:
• **Borschers, Georg, Dr.**
61231 Bad Nauheim (DE)
• **Pilz, Torsten, Dr.**
61389 Oberreifenberg (DE)

(30) Priorität: **14.07.2001 DE 10134364**

(74) Vertreter: **Hütter, Klaus, Dr.**
Clariant Service GmbH
Patente, Marken, Lizenzen
Am Unisys-Park 1
65843 Sulzbach (DE)

(71) Anmelder: **Clariant GmbH**
65929 Frankfurt am Main (DE)

(54) **Verfahren zur Herstellung von Bleichaktivator-Granulaten**

(57) Verfahren zur Herstellung von Bleichaktivator-Granulaten, dadurch gekennzeichnet, dass man ein Gemisch aus Bleichaktivator, anionischem oder nichtionischem Tensid und Polyalkylenglykol bei Temperatu-

ren von 60 bis 80°C und einem Druck von 10 bis 30 bar extrudiert und die erhaltenen Extrudate, bei einer Temperatur von 60 bis 80°C auf einem Rondierer granuliert.

EP 1 275 709 A1

Beschreibung

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von zylinderförmigen bis kugelförmige Extrudaten, die Bleichaktivatoren enthalten, mit definierten Partikelgrößen und enger Partikelgrößenverteilung, die ein geringes Abriebverhalten und ein gutes Fließverhalten zeigen.

[0002] Aus zahlreichen Patentschriften sind Verfahren zur Herstellung extrudierter Wasch- und Reinigungsmittel bekannt. In EP 486 592 wird die Herstellung von extrudierten Formkörpern beschrieben, wobei ein festes und rieselfähiges Vorgemisch unter Einsatz eines Plastifizier- und/ oder Gleitmittels bei Anwendung relativ hoher Drucke zwischen etwa 25 und 200 bar strangförmig verpresst wird. Der Strang weist eine derartige Konsistenz auf, dass er nach Austritt aus der Lochform mittels einer Schneidevorrichtung direkt auf vorbestimmte Granulatdimension geschnitten werden kann. Als Plastifizier- und/ oder Gleitmittel werden insbesondere wässrige Aniontensidpasten, wässrige Polymerlösungen und/ oder bei Raumtemperatur flüssige nichtionische Tenside genannt. Die so herstellbaren extrudierten Formkörper weisen im allgemeinen eine Größe bis 2 cm, vorzugsweise bis 0,8 cm auf, wobei das Länge-Durchmesser-Verhältnis vorteilhafterweise zwischen 1 : 1 und 3:1 liegt.

[0003] Wie in WO 99/ 27061 beschrieben, werden Bleichaktivatoren vorteilhaft in Form zylinderförmiger Extrudate konfektioniert, um die Kompatibilität mit anderen Waschmittelbestandteilen und eine ausreichende Lagerstabilität zu gewährleisten. Man geht davon aus, dass der hochreaktive Bleichaktivator vorwiegend im Inneren des zylinderförmigen Granulates eingebettet ist und die Oberfläche überwiegend aus Bindematerialien und Plastifiziermittel besteht.

Um ein Entmischen der unterschiedlichen Partikel in der Waschmittelformulierung während Transport und Lagerung zu vermeiden, sollte der Partikeldurchmesser zwischen 0,2 mm und 2 mm, bevorzugt zwischen 0,5 mm und 0,8 mm, die Teilchenlänge im Bereich von 0,5 mm bis 3,5 mm, idealerweise zwischen 0,9 mm und 2,5 mm liegen.

Alle bisher beschriebenen Verfahren zur Herstellung von Extrudaten liefern entweder Formkörper mit einer relativ breiten Partikelgrößenverteilung und/ oder einem vergleichsweise hohen Staubanteil. Die Partikel weisen an den Schnittstellen scharfe Ecken und Kanten auf, die einen hohen Abrieb mit Staubbildung und ein ungünstiges Fließverhalten verursachen. Erfolgt die Herstellung der Extrudate unter hohen Verdichtungskräften wird das Löseverhalten der Partikel wesentlich beeinträchtigt.

[0004] Die Aufgabe der Erfindung bestand nun darin, zylinderförmige bis kugelförmige Extrudate mit einem Gehalt an Bleichaktivatoren für den Einsatz in Wasch- oder Reinigungsmittel herzustellen, welche eine sehr enge Partikelgrößenverteilung aufweisen und zugleich eine geringe Abriebtendenz, geringe Staubbildung, ein günstiges Fließverhalten, sowie ein gutes Löseverhalten während des Wasch- und Reinigungsvorganges zeigen.

[0005] Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung von Bleichaktivator-Granulaten, dadurch gekennzeichnet, dass man ein Gemisch aus Bleichaktivator, anionischem oder nichtionischem Tensid und Polyalkylenglykol bei Temperaturen von 40 bis 90°C, vorzugsweise 60 bis 80°C und einem Druck von 10 bis 30 bar extrudiert und die erhaltenen Extrudate bei einer Temperatur von 40 bis 90°C, vorzugsweise 60 bis 80°C auf einem Rondierer granuliert.

[0006] Als Bleichaktivatoren kommen beispielsweise in Frage N,N,N',N'-Tetraacetylenhydramin (TAED), Glucosepentaacetat (GPA), Xylosetetraacetat (TAX), Natrium-4-benzoyloxybenzolsulfonat (SBOBS), Natriumtrimethylhexanoyloxybenzolsulfonat (STHOBS), Tetraacetylglucuril (TAGU), Tetraacetylcyansäure (TACA), Di-N-acetyldimethylglyoxim (ADMG), 1-Phenyl-3-acetylhydantoin (PAH), Nonanoylcaprolactamphenylsulfonatester (APES), Nitritotriacetat (NTA), bevorzugt das Natriumsalz von Nonanoyloxybenzolsulphonat (NOBS), das Natriumsalz von 3,5,5-Trimethylhexanoyloxyphenylsulfonat (iso-NOBS) oder das Natriumsalz von Acetoxyphenylsulfonat (ABS).

[0007] Bevorzugte anionische Tenside sind Alkalisalze, Ammoniumsalze, Aminsäuren und Salze von Aminoalkoholen von folgenden Verbindungen: Alkylsulfate, Alkylethersulfate, Alkylamid-sulfate und -ethersulfate, Alkylarylpolyethersulfate, Monoglyceridsulfate, Alkylsulfonate, Alkylamidsulfonate, Alkylarylsulfonate, α -Olefin-sulfonate, Alkylsulfosuccinate, Alkyläthersulfosuccinate, Alkylamidsulfosuccinate, Alkylsulfoacetate, Alkylpolyglycerin-carboxylate, Alkylphosphate, Alkyletherphosphaten, Alkylsarcosinate, Alkylpolypeptidate, Alkylamidopolypeptidate, Alkylisethionate, Alkyltaurate, Alkylpolyglykolethercarbonsäuren oder Fettsäuren, wie Oleinsäure, Ricinoleinsäure, Palmitinsäure; Stearinsäure, Kopräolsäuresalz oder hydrierte Kopräolsäuresalze. Der Alkylrest all dieser Verbindungen enthält normalerweise 8 - 32, vorzugsweise 8 - 22 C-Atome. Besonders bevorzugt sind lineare geradkettige Alkylbenzolsulfonate, insbesondere mit einer C₈-C₂₀-, besonders bevorzugt mit einer C₁₁₋₁₃-Alkylgruppe.

[0008] Als nichtionische Tenside werden polyethoxylierte, polypropoxylierte oder polyglycerinierte Ether von Fettalkoholen, polyethoxylierte, polypropoxylierte und polyglycerinierte Fettsäureester, polyethoxylierte Ester von Fettsäuren und von Sorbit, polyethoxylierte oder polyglycerinierte Fettamide bevorzugt.

[0009] Als Polyalkylenglykole kommen Polyethylenglykole, 1,2-Polypropylenglykole sowie modifizierte Polyethylenglykole und Polypropylenglykole in Betracht. Zu den modifizierten Polyalkylenglykolen zählen insbesondere Sulfate und/ oder Disulfate von Polyethylenglykolen oder Polypropylenglykolen mit einer relativen Molekülmasse zwischen 600 und 12000 und insbesondere zwischen 1000 und 4000. Eine weitere Gruppe besteht aus Mono- und/ oder Disuccinaten der Polyalkylenglykole, welche wiederum relative Molekülmassen zwischen 600 und 6000, vorzugsweise zwischen 1000 und 4000 aufweisen. Ferner werden auch ethoxylierte Derivate wie Trimethylolpropan mit 5 bis 30 EO umfasst.

Die vorzugsweise eingesetzten Polyethylenglykole können eine lineare oder verzweigte Struktur aufweisen, wobei insbesondere lineare Polyethylenglykole bevorzugt sind. Zu den insbesondere bevorzugten Polyethylenglykolen gehören solche mit relativen Molekülmassen zwischen 2000 und 12000, vorteilhafterweise um 4000, wobei Polyethylenglykole mit relativen Molekülmassen unterhalb 3500 und oberhalb 5000 insbesondere in Kombination mit Polyethylenglykolen mit einer relativen Molekülmasse um 4000 eingesetzt werden können und derartige Kombinationen vorteilhafterweise zu mehr als 50 Gew.-%, bezogen auf die gesamte Menge der Polyethylenglykole, Polyethylenglykole mit einer relativen Molekülmasse zwischen 3500 und 5000 aufweisen.

Zu den modifizierten Polyethylenglykolen gehören auch ein- oder mehrseitig endgruppenverschlossene Polyethylenglykole, wobei die Endgruppen vorzugsweise C_1 - C_{12} -Alkylketten, bevorzugt C_1 - C_6 , die linear oder verzweigt sein können, darstellen. Einseitig endgruppenverschlossene Polyethylenglykolderivate können auch der Formel $C_x(EO)_y(PO)_z$ entsprechen, wobei C_x eine Alkylkette mit einer C-Kettenlänge von 1 bis 20, y 50 bis 500 und z 0 bis 20 sein können. Ebenso geeignet sind niedermolekulare Polyvinylpyrrolidone und Derivate von diesen mit relativen Molekülmassen bis maximal 30 000. Bevorzugt sind hierbei relative Molekülmassenbereiche zwischen 3000 und 30 000. Polyvinylalcohole werden vorzugsweise in Kombination mit Polyethylenglykolen eingesetzt.

[0010] Zur Verbesserung der Plastifizier- und Gleiteigenschaften, aber auch der Abriebfestigkeit der Bleichaktivator-Granulate können zusätzlich eine oder auch mehrere Komponenten zugesetzt, die bei Raumtemperatur flüssig sind oder unter den Verarbeitungsbedingungen als Schmelze vorliegen, beispielsweise lineare oder verzweigte Fettsäuren, insbesondere Nonansäure oder ethoxylierte Fettsäuren mit 2 bis 100 EO.

[0011] Die oben beschriebene Mischung aller Komponenten kann zusätzlich geringe Mengen eines Lösungsmittels enthalten, bevorzugt weniger als 15 Gew.-%, bevorzugt weniger als 10 Gew.-%, besonders bevorzugt weniger als 7 Gew.-%. Bevorzugtes Lösungsmittel ist Wasser.

[0012] Weitere geeignete Zusätze sind Stoffe, die den pH-Wert während Lagerung und Anwendung beeinflussen. Dazu zählen organische Carbonsäuren oder deren Salze, wie Zitronensäure in wasserfreier oder hydratisierter Form, Glykolsäure, Bernsteinsäure, Maleinsäure oder Milchsäure. Daneben sind Zusätze möglich, die das Bleichvermögen beeinflussen, wie Komplexbildner und Übergangsmetallkomplexe, z.B. Eisen-, Cobalt- bzw. Mangan-haltige Metallkomplexe wie in EP-A-0 458 397 und EP-A-0 458 398 beschrieben.

[0013] Besonders vorteilhafte Ausführungsformen der Erfindung enthalten als Bleichaktivator das Natriumsalz von Nonanoyloxyphenylsulphonat (NOBS), als Lösungsvermittler lineare geradkettige Alkylbenzolsulfonate, insbesondere mit einer C_8 - C_{20} -, besonders bevorzugt mit einer C_{11} - C_{13} -Alkylgruppe (LAS), sowie Nonansäure und Polyethylenglykol (PEG) 4000 als Konsistenzgeber und Plastifizierungsmittel, wobei der Anteil an NOBS 70 Gew.-% bis 90 Gew.-%, bevorzugt 80 Gew.-% bis 87 Gew.-%, besonders bevorzugt 81 Gew.-% bis 85 Gew.-%, an LAS 2 Gew.-% bis 10 Gew.-%, bevorzugt 3 Gew.-% bis 5 Gew.-%, besonders bevorzugt 3,7 Gew.-% bis 4,5 Gew.-%, an Nonansäure 0,1 Gew.-% bis 6 Gew.-%, bevorzugt 1 Gew.-% bis 4 Gew.-%, besonders bevorzugt 2,5 Gew.-% bis 3,5 Gew.-%, an PEG 4000 1 Gew.-% bis 15 Gew.-%, bevorzugt 5 Gew.-% bis 10 Gew.-%, besonders bevorzugt 7 Gew.-% bis 8 Gew.-% beträgt.

[0014] Vorteilhafterweise werden Bleichaktivator, beispielsweise Nonanoyloxyphenylsulphonat (NOBS) und anionischer oder nichtionischer Tensid, beispielsweise Alkylbenzolsulfonat (LAS) pulverförmig vermischt, Plastifizierungsmittel, beispielsweise Nonansäure und PEG 4000 bei 50 bis 70°C, bevorzugt 60 bis 65°C eingetragen und bei einer Temperatur im Bereich von 60 bis 70°C und einem Druck von 14 bar bis 22 bar strangförmig verpresst. In einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung wird dabei das Gemisch kontinuierlich einem 1-Wellen-Extruder, 2-Wellen-Extruder bzw. 2-Schnecken-Extruder mit gleichlaufender oder gegenlaufender Schneckenführung zugeführt, dessen Gehäuse und dessen Extruder-Granuliertopf auf die vorbestimmte Extrudiertemperatur aufgeheizt sein können. Unter der Schereinwirkung der Extruderschnecken wird das Gemisch unter Druck verdichtet, plastifiziert, in Form von Strängen durch die Lochdüsenplatte im Extrudertopf extrudiert, gegebenenfalls mit feinkörnigem Antibackmittel, beispielsweise TiO_2 , Kieselsäure, Zeolith, Eigenstaub abgedudert, in grobe Straw-Stücke zerkleinert und auf einen auf 40 bis 90°C, bevorzugt 60 bis 80°C, insbesondere 60 bis 65°C erwärmten Rondierer überführt.

[0015] Durch das anschließende Rondierverfahren werden zylinderförmige bis kugelförmige Granulate mit definierten Partikelgrößen und sehr enger Partikelgrößenverteilung erhalten, wobei der Partikeldurchmesser zwischen 0,2 mm und 2 mm, bevorzugt zwischen 0,5 mm und 0,8 mm, die Teilchenlänge im Bereich von 0,5 mm bis 3,5 mm, idealerweise zwischen 0,9 mm und 2,5 mm liegt. Die Extrudate werden direkt auf den Rondierer gegeben oder gegebenenfalls grob vorzerkleinert. In einer bevorzugten Ausführungsform wird der erfindungsgemäße Formungsprozess kontinuierlich im Kaskadenbetrieb durchgeführt, doch ist auch ein absatzweises Arbeiten möglich.

Größe und Form der Partikel können im Rondierverfahren durch mehrere Parameter beeinflusst und herbeigeführt werden. Der Formungsprozess wird bestimmt durch die Füllmenge, die Temperatur der Mischung, die Verweilzeit der Mischung im Rondierer, durch die Drehgeschwindigkeit der Rondierscheibe, sowie durch die plastische Verformbarkeit der Mischung.

Mit abnehmender Füllmenge im Rondierer werden kürzere Zylindergranulate und eine engere Verteilung der Partikelgrößen erhalten. Mit abnehmender Temperatur und damit geringer werdender Plastizität werden längere Granulate erhalten, bei weiterer Abkühlung nimmt der Staubanteil stark zu.

Die Verweilzeit der Mischung im Rondierer hängt neben der Plastizität von der Füllmenge ab und beträgt bevorzugt 10 sec. bis 120 sec., besonders bevorzugt 20 sec. bis 60 sec., die Umfangsgeschwindigkeit 10 m/sec. bis 30 m/sec., bevorzugt 12 m/sec. bis 20 m/sec.

[0016] In einer besonderen Ausführungsform wird die Temperatur im Rondierer durch Luft oder Gasstromzufuhr (N₂), bevorzugt über die Spaltvorrichtung, gesteuert. Die Temperatur der Luft- bzw. Gasströme beträgt 50 bis 120°C, bevorzugt 60 bis 90°C, so dass je nach Ausführung des Rondierers die gewünschte Arbeitstemperatur im Rondierer aufrecht erhalten werden kann.

Nach dem Formungsprozess werden die zylindrisch geformten und abgerundeten Partikel in einem nachgeschalteten Apparat, vorzugsweise in einem Fließbettkühler im kalten Luft- oder Gasstrom auf Temperaturen unterhalb 40°C abgekühlt, um ein Verkleben der Granulate zu vermeiden.

[0017] Die so erhaltenen Granulate zeichnen sich durch ein günstiges Fließverhalten, geringen Staubanteil, hoher Abriebfestigkeit aus.

Das Schüttgewicht liegt im Bereich 300 g/l bis 2000 g/l, bevorzugt im Bereich 400 g/l bis 1500 g/l und besonders bevorzugt im Bereich von 500 - 800 g/l.

[0018] Die erfindungsgemäßen erhaltenen Granulate sind direkt zum Einsatz in Wasch- und Reinigungsmitteln geeignet. Sie können gegebenenfalls mit einer Coatinghülle versehen werden.

[0019] Weitere mögliche Zusätze sind Stoffe, die in der Wasch- oder Reinigungsphase mit der aus dem Aktivator freigesetzten Peroxycarbonsäure unter Bildung reaktiver Zwischenstufen, wie Dioxirane oder Oxaziridine, reagieren und auf diese Weise die Reaktivität erhöhen können. Entsprechende Verbindungen sind Ketone und Sulfonylamine entsprechend US-A-3 822 114 und EP-A-0 446 982.

[0020] Die Menge des Zusatzstoffes richtet sich insbesondere nach seiner Art. So werden acidifizierende Zusätze und organische Katalysatoren zur Leistungssteigerung der Persäure in Mengen von 0 bis 20 Gew.-%, insbesondere in Mengen von 1 bis 10 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht, zugesetzt, Metallkomplexe hingegen in Konzentrationen im ppm-Bereich.

Die erhaltenen Granulate zeichnen sich durch eine sehr gute Abriebfestigkeit und Lagerstabilität in pulverförmigen Wasch-, Reinigungs- und Desinfektionsmittelformulierungen aus. Sie sind ideal zum Einsatz in Vollwaschmitteln, Fleckensalzen, Maschinengeschirrspülmitteln, pulverförmigen Allzweckreinigern und Gebissreinigern.

[0021] In diesen Formulierungen werden die erfindungsgemäßen Granulate meist in Kombination mit einer Wasserstoffperoxydquelle eingesetzt. Beispiele hierfür sind Perborat-Monohydrat, Perborat-Tetrahydrat, Percarbonate sowie Wasserstoffperoxid-Addukte an Harnstoff oder Aminoxiden. Daneben kann die Formulierung dem Stand der Technik entsprechend weitere Waschmittelbestandteile aufweisen, wie organische und anorganische Builder und Co-Builders, Tenside, Enzyme, Aufheller und Parfüm.

[0022] Nachfolgende Beispiele sollen die Erfindung näher erläutern ohne sie darauf einzuschränken.

Beispiel 1:	Herstellung eines NOBS-Granulates, Wirkstoffanteil: 84,4 Gew.-%	
	Granulatdurchmesser d	0,7 mm
	Granulatlänge l	1,4 mm

[0023] 844 g des Natriumsalzes von Nonanoyloxybenzolsulphonat (NOBS), 50 g lineares C₁₁₋₁₃-Alkylbenzolsulfonat, Na-Salz, 31 g Nonansäure und 75 g Polyethylenglykol 4000 werden im Pflugscharmischer (Hersteller Lödige) bei Raumtemperatur bei einer Drehzahl von 120 pro Minute und zugeschaltetem Messerkopf in einem Zeitraum von 150 Sekunden homogen vermischt, auf 65 bis 71°C erwärmt, in einen Einwellen-Domextruder (Hersteller Fitzpatrick) mit einem Bohrungsdurchmesser von 0,7 mm in der Lochmatrize überführt und bei einer Drehzahl der Extruderschnecke von 45 pro Minute, einem Durchsatz von 287 g/min. extrudiert. Anschließend werden 500 g Extrudate bei einer Temperatur von 65 bis 69°C im Batch-Rondierer (Hersteller Schlüter) mit einem Durchmesser von 0,3 m bei einer Drehzahl von 1000 pro Minute, einer Umfangsgeschwindigkeit von 15,71 m/sec und einer Verweilzeit von 40 Sekunden auf die zuvor angegebene Partikelform gebracht. Nach dem Formungsprozess werden die zylindrisch geformten und abgerundeten Partikel in einem nachgeschalteten Apparat, vorzugsweise in einem Fließbettkühler im kalten Luftstrom abgekühlt, um ein Verkleben der Granulate zu vermeiden. 94,9 % der erhaltenen Granulate entsprechen der Zielgröße von d=0,7 mm und einer mittleren Länge von l₅₀=1,37 mm. Die Breite der Längenverteilung liegt im Bereich von l₁₀=1,03 mm bis l₉₀=1,66 mm. 5,05% Feinanteil und 0,05% Grobanteil werden abgesiebt, die gesiebte Zielfraktion weist ein Schüttgewicht von 692 g/l auf.

Beispiel 2:	Herstellung eines NOBS-Granulates, Wirkstoffanteil: 85,8 Gew.-%	
	Granulatdurchmesser d	0,7 mm
	Granulatlänge l	1,4 mm

[0024] 858 g des Natriumsalz von Nonanoyloxybenzolsulphonat (NOBS), 42 g lineares C₁₁₋₁₃-Alkylbenzolsulfonat, Na-Salz, 29 g Nonansäure und 71 g Polyethylenglykol 4000 werden im Pflugscharmischer (Hersteller Lödige) bei Raumtemperatur bei einer Drehzahl von 120 pro Minute und zugeschaltetem Messerkopf in einem Zeitraum von 150 Sekunden homogen vermischt, auf 62 bis 65°C erwärmt, in einen Einwellen-Domextruder (Hersteller Fitzpatrick) mit einem Bohrungsdurchmesser von 0,7 mm in der Lochmatrize überführt und bei einer Drehzahl der Extruderschnecke von 45 pro Minute, einem Durchsatz von 199 g/min. extrudiert. Anschließend werden 1 kg Extrudate bei einer Temperatur von 60 bis 62°C im Batch-Rondierer (Hersteller Schlüter) mit einem Durchmesser von 0,3 m bei einer Drehzahl von 1000 pro Minute, einer Umfangsgeschwindigkeit von 15,71 m/sec und einer Verweilzeit von 40 Sekunden auf die zuvor angegebene Partikelform gebracht. Nach dem Formungsprozess werden die zylindrisch geformten und abgerundeten Partikel in einem nachgeschalteten Apparat, vorzugsweise in einem Fließbettkühler im kalten Luftstrom abgekühlt, um ein Verkleben der Granulate zu vermeiden. 97,37 % der erhaltenen Granulate entsprechen der Zielgröße von d=0,7 mm und I₅₀= 1,45 mm. Die Breite der Längenverteilung liegt im Bereich von I₁₀ = 1,03 mm bis I₉₀ = 1,93 mm. 2,46 % Feinanteil und 0,17% Grobanteil werden abgesiebt, die gesiebte Zielfraktion weist ein Schüttgewicht von 686 g/l auf.

Beispiel 3: Herstellung eines APES-Granulates,	
Granulatdurchmesser d	0,7 mm
Granulatlänge l	1,4 mm

[0025] 675 g Nonanoylcaprolactamphenylsulfonatester (APES), 14,3 g lineares C₁₁₋₁₃-Alkylbenzolsulfonat, Na-Salz, 10,7 g Natriumcitrat und 7,5 g Wasser werden im Pflugscharmischer (Hersteller Lödige) bei Raumtemperatur bei einer Drehzahl von 120 pro Minute und zugeschaltetem Messerkopf in einem Zeitraum von 150 Sekunden homogen vermischt, in einen Einwellen-Domextruder (Hersteller Fitzpatrick) mit einem Bohrungsdurchmesser von 0,7 mm in der Lochmatrize überführt und bei einer Drehzahl der Extruderschnecke von 45 pro Minute, einem Durchsatz von 199 g/min. extrudiert. Anschließend werden die Extrudate bei Raumtemperatur im Batch-Rondierer (Hersteller Schlüter) mit einem Durchmesser von 0,3 m bei einer Drehzahl von 1000 pro Minute, einer Umfangsgeschwindigkeit von 22,3 m/sec und einer Verweilzeit von 40 Sekunden auf die zuvor angegebene Partikelform gebracht. Nach dem Formungsprozess werden die zylindrisch geformten und abgerundeten Partikel in einem nachgeschalteten Apparat, vorzugsweise in einem Fließbettrockner getrocknet und abgekühlt.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von Bleichaktivator-Granulaten, **dadurch gekennzeichnet, dass** man ein Gemisch aus Bleichaktivator, anionischem oder nichtionischem Tensid und Polyalkylenglykol bei Temperaturen von 40 bis 90°C, vorzugsweise 60 bis 80°C und einem Druck von 10 bis 30 bar extrudiert und die erhaltenen Extrudate, bei einer Temperatur von 40 bis 90°C, vorzugsweise 60 bis 80°C auf einem Rondierer granuliert.
2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** man zusätzlich lineare oder verzweigte Fettsäuren oder ethoxylierte Fettsäuren mit 2 bis 100 EO mitverwendet.
3. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** man als anionisches Tensid ein Alkylarylsulfonat einsetzt.
4. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** man als Polyalkylenglykol Polyethylenglykol einsetzt.
5. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** man als Bleichaktivator Na-Nonanoyloxybenzolsulfonat einsetzt.
6. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** man ein Granulat herstellt, das aus 70 bis 90 Gew.-% Na-Nonanoyloxybenzolsulfonat, 2 bis 10 Gew.-% Alkylbenzolsulfonat, 0,1 bis 6 Gew.-% Nonansäure und 1 bis 15 Gew.-% Polyethylenglykol 4000 besteht.
7. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Extrudate direkt auf den Rondierer aufgegeben oder grob vorzerkleinert werden.

EP 1 275 709 A1

8. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** man die Temperatur im Rondierer durch Luft- oder Gasstromzufuhr steuert.

5 9. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** man bei einer Umfangsgeschwindigkeit im Rondierer von 10 bis 30 m/sec arbeitet.

10. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** man bei einer Verweilzeit von 10 bis 120 sec im Rondierer arbeitet.

10 11. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** man das Rondiervfahren absatzweise oder kontinuierlich im Kaskadenbetrieb durchführt.

15 12. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** man die Extrudate mit einem Antibackmittel abputzt.

13. Bleichaktivator-Granulat, hergestellt nach dem Verfahren gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 12.

20

25

30

35

40

45

50

55



Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung
EP 02 01 5331

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int.Cl.7)
X	DE 196 54 780 A (LION CORP) 7. August 1997 (1997-08-07)	1,4,5, 12,13	C11D3/39 C11D11/00
Y	* Ansprüche 1-16; Beispiele 1,2; Tabellen 1,4 *	1-13	C11D17/06 C11D3/20 C11D3/37
Y	WO 01 46372 A (BROWN ANGELICA DAMARIS ;PREISSNER KARL MATTHEW (US); PROCTER & GAM) 28. Juni 2001 (2001-06-28) * Seite 13, Zeile 25 - Zeile 31 * * Ansprüche 12-17; Beispiel I * * Seite 14, Zeile 15 - Zeile 21 *	1-13	
X	DE 41 43 016 A (HENKEL KGAA) 1. Juli 1993 (1993-07-01) * Ansprüche 1,3,6,7,9,10; Beispiele 1-6; Tabelle *	1,3,4,7	
A	WO 97 27280 A (PROCTER & GAMBLE ;SHARMA SANJEEV (GB); YORK DAVID WILLIAM (GB)) 31. Juli 1997 (1997-07-31) * Ansprüche 1-8; Beispiele 1-7 * * Seite 13, letzter Absatz - Seite 14, Absatz 1 *	1-13	
			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int.Cl.7)
			C11D
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort DEN HAAG		Abschlußdatum der Recherche 21. Oktober 2002	Prüfer Loiselet-Taisne, S
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : mündliche Offenbarung P : Zwischenliteratur		T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus anderen Gründen angeführtes Dokument & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument	

EPO FORM 1503 03 82 (P/4003)

**ANHANG ZUM EUROPÄISCHEN RECHERCHENBERICHT
ÜBER DIE EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG NR.**

EP 02 01 5331

In diesem Anhang sind die Mitglieder der Patentfamilien der im obengenannten europäischen Recherchenbericht angeführten Patentdokumente angegeben.

Die Angaben über die Familienmitglieder entsprechen dem Stand der Datei des Europäischen Patentamts am 21-10-2002.
Diese Angaben dienen nur zur Unterrichtung und erfolgen ohne Gewähr.

21-10-2002

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
DE 19654780 A	07-08-1997	CN 1157304 A , B	20-08-1997
		DE 19654780 A1	07-08-1997
		JP 9272900 A	21-10-1997
		US 5843879 A	01-12-1998
WO 0146372 A	28-06-2001	AU 2909601 A	03-07-2001
		EP 1244766 A2	02-10-2002
		WO 0146372 A2	28-06-2001
DE 4143016 A	01-07-1993	DE 4143016 A1	01-07-1993
		DE 59206759 D1	14-08-1996
		WO 9313194 A1	08-07-1993
		EP 0618960 A1	12-10-1994
		ES 2089781 T3	01-10-1996
		JP 7502551 T	16-03-1995
WO 9727280 A	31-07-1997	AU 1582597 A	20-08-1997
		BR 9707475 A	27-07-1999
		CA 2243485 A1	31-07-1997
		CZ 9802295 A3	13-01-1999
		EG 21216 A	28-02-2001
		EP 0880581 A1	02-12-1998
		HU 9901904 A2	28-10-1999
		TR 9801458 T2	21-10-1998
		WO 9727280 A1	31-07-1997
		ZA 9700536 A	30-07-1997

EPO FORM P0461

Für nähere Einzelheiten zu diesem Anhang : siehe Amtsblatt des Europäischen Patentamts, Nr.12/82