

PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

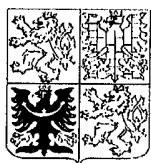
zveřejněná podle § 31 zákona č. 527/1990 Sb.

(21) Číslo dokumentu:

3198-97

(19)

ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(22) Přihlášeno: **09. 10. 97**

(32) Datum podání prioritní přihlášky: **10.10.96**

(31) Číslo prioritní přihlášky: **96/19641708**

(33) Země priority: **DE**

(40) Datum zveřejnění přihlášky vynálezu: **15. 04. 98**
(Věstník č. 4/98)

(13) Druh dokumentu: **A3**

(51) Int. Cl.⁶:

C 11 D 3/395
C 11 D 11/00
C 11 D 17/06

(71) Přihlášovatel:

CLARIANT GMBH, Frankfurt am Main, DE;

(72) Původce:

Himmrich Johannes Dr., Kirchen, DE;
Borchers Georg Dipl. Ing., Bad Nauheim,
DE;

(74) Zástupce:

Všetečka Miloš JUDr., Hálkova 2, Praha 2,
12000;

(54) Název přihlášky vynálezu:

**Způsob výroby potahovaného granulátu
aktivátoru bělení**

(57) Anotace:

Řešení se týká způsobu výroby potahovaného granulátu aktivátoru bělení, při kterém se granulát aktivátoru bělení obaluje potahující látkou a současně nebo následně se temperuje. Dále se týká granulátu tímto způsobem vyrobeného a bělicího prostředku, tento granulát obsahujícího.

CZ 3198-97 A3

Způsob výroby potahovaného granulátu aktivátoru bělení

Oblast techniky

Vnález se týká způsobu výroby potahovaného granulátu, aktivátoru bělení, granulátu tímto způsobem vyrobeného a bělicího prostředku, tento granulát obsahujícího.

Dosavadní stav techniky

Aktivátory bělení jsou důležitými součástmi pracích prostředků, solí na odstraňování skvrn a prostředků pro strojní myčky nádobí. Umožňují bělicí působení již při relativně nízkých teplotách tím, že reagují s peroxidem vodíku - většinou s perboritany a peruhličitany - za uvolňování některé organické peroxykarboxylové kyseliny.

Docílitelný výsledek bělení je určován druhem a reaktivitou vytvořené peroxykarboxylové kyseliny, strukturou perhydrolyzovatelné vazby, jakož i rozpustností aktivátoru bělení. Protože se většinou jedná o reaktivní ester nebo amid, je v mnoha případech nutné, používat je pro předpokládanou oblast použití v granulované formě, aby se zabránilo hydrolýze v přítomnosti alkalických složek pracího prostředku a aby se zajistila dostatečná skladovatelnost.

Ke granulování těchto látek byly v minulosti navrženy četné pomocné látky a postupy. V EP-A-0 037 026 byl popsán způsob výroby snadno rozpustného granulátu aktivátoru z 90 až 98 % aktivátoru s 10 až 2 % esteru celulosy, škrobu nebo

etheru škrobu. Granuláty, tvořené aktivátorem bělení, filmotvornými polymery a přísadami některé organické karboxylové, hydroxykarboxylové, nebo etherkarboxylové kyseliny s C_3 až C_6 jsou uvedeny ve WO 90/01535. Z EP-A 0 468 824 jsou známy granuláty z aktivátoru bělení a z filmotvorného polymeru, který je snadněji rozpustný při pH 10, než při pH 7. DE-OS-44 39 039 popisuje postup výroby granulátu aktivátoru smíšením suchého aktivátoru bělení se suchým, anorganickým pojivem, obsahujícím hydrátovou vodu, slisováním této směsi na větší agregáty a rozdrcením těchto agregátů na požadovanou velikost zrna. Bezvodý způsob výroby zhutněním aktivátoru bělení bez přídavku vody s alespoň jednou látkou, ve vodě botnající, je znám z EP-A-0 075 818.

U těchto aktivátorů je nedostatkem, že vlastnosti granulátu jsou v podstatě určovány pojivem a použitým způsobem granulování a že vedle v literatuře popisovaných výhod mají též určité nevýhody, například nikoli optimální uvolnění účinné látky, malou odolnost proti otěru, vysoký podíl prachu, nedostatečnou skladovací stabilitu, odměšování v prášku nebo poškozování barvy tkaniny při použití v pracích a čisticích prostředcích.

Aby se granulátu dodaly definované vlastnosti, často se provádí dodatečně ke kroku granulování další krok potahování. Běžnými postupy jsou potahování v míchačkách (mechanicky vyvolaná fluidní vrstva) nebo obalování v přístrojích s fluidním ložem (pneumaticky vyvolaná fluidní vrstva).

Tak se ve WO-92/13798 popisuje pro aktivátor bělení potah organickou kyselinou, rozpustnou ve vodě a tající nad $30\text{ }^{\circ}\text{C}$ a ve WO-94/03305 potah kyselého polymeru, rozpustného

ve vodě, aby se snížilo poškozování barev prádla.

Z WO-94/26862 je znám potah granulátu, tvořeného aktivátorem bělení a polymerem, rozpustným ve vodě a/nebo rozpustným v alkáliích, organickou sloučeninou, tající mezi 30 °C a 100 °C, ke snížení odměšování v práškovém konečném produktu. Při tom se granulát aktivátoru vnese do pluhové míchačky Lödige, cirkuluje se bez použití rozrušovače při teplotě místnosti 160 až 180 otáčkách za minutu a pak se postříkuje horkou taveninou. Nevýhodou tohoto postupu je velmi špatná kvalita potahu, který sice vyvolává snížení odměšování v práškovitém konečném produktu, ale nemá žádný vliv na další vlastnosti granulátu, jako je například uvolňování účinné látky, odolnost proti otěru, podíl prachu nebo skladovací stabilita. Kladný vliv na chování při odměšování má pravděpodobně ztuhnutí potahovací látky v kapkách na povrchu granulátu, čímž je vyvoláno zakotvení zrna granulátu v sypkém materiálu.

Podstata vynálezu

Úkolem předloženého vynálezu tedy byl vývoj způsobu potahování granulátu aktivátoru, který umožní cílené nastavení vlastností granulátu v širokém rozsahu při současném optimálním využití potahujícího materiálu.

Tato úloha byla vyřešena temperováním během potahování a/nebo po něm.

Předmětem vynálezu je tedy způsob výroby potahovaného granulátu aktivátoru bělení, při kterém se základní granulát aktivátoru bělení obaluje potahující látkou a současně nebo

následně se temperuje.

Jako základní granuláty se mohou použít všechny aktivátory, které mají v granulované formě teplotu tavení nad 100 °C. Příkladem aktivujících látek jsou tetraacetylethylendiamin (TAED), tetraacetylglukoluril (TAGU), diacetyldioxohexahydrothiazin (DADHT), acyloxybenzensulfonáty (například nonanyloxybenzensulfonát [NOBS], benzoyloxybenzensulfonát [BOBS]), acylované cukry (například pentaacetylglukosa [PAG]) nebo sloučeniny, které jsou popsány v EP-A-0 325 100, EP-A-0 492 00 a WO-91/10719. Dalšími vhodnými aktivátory jsou N-acylované aminy, amidy, laktamy, aktivované estery karboxylových kyselin, anhydridy karboxylových kyselin, laktony, acylaly, amidy karboxylových kyselin, acyllaktamy, acylované močoviny a oxamidy, vedle toho zejména ale též nitrily, které mohou obsahovat vedle nitrilové skupiny též kvartérní amoniovou skupinu. V základním granulátu mohou být obsaženy též směsi různých aktivátorů bělení.

Tyto základní granuláty mohou obsahovat obvyklé granulační pomocné prostředky, které mají mít teplotu tavení nad 100 °C. V úvahu zde přicházejí filmotvorné polymery, například ether celulosy, škrob, ether škrobu, homopolymery, kopolymery a roubované kopolymery nenasycených karboxylových kyselin a/nebo sulfonových kyselin, jakož i jejich soli, organické látky, například celulóza, zesíťný polyvinylpyrrolidon nebo látky anorganické, jako je například kyselina křemičitá, amorfni křemičitany, zeolity, bentonity, alkalické křemičitany o vzorci $MM Si_xO_{2x-1} \cdot y H_2O$ ($M, M = Na, K, H; x = 1,9 - 23; y = 0-25$), ortho-, pyro- a polyfosfáty, kyseliny fosfonové a jejich soli, sírany, uhličitany, hydrogenuhličitany. Podle potřeby se tyto granulační pomocné

prostředky mohou použít jednotlivě, nebo jako směsi.

Vedle aktivátoru bělení a pomocného granulačního prostředku mohou základní granuláty aktivátoru bělení obsahovat ještě další přísady, které zlepšují vlastnosti, jako je například skladovací stabilita, schopnost aktivace bělení. K těmto přísadám se řadí anorganické kyseliny, organické kyseliny, jako jsou například jednosytné nebo vícesytné karboxylové kyseliny, kyseliny hydroxykarboxylové a/nebo etherkarboxylové, jakož i jejich soli, komplexotvorné sloučeniny, kovové komplexy a ketony.

Podle potřeby se uvedené přísady mohou použít jednotlivě nebo jako směsi.

Výroba těchto základních granulátů probíhá smíšením suchého aktivátoru bělení se suchou pomocnou granulační látkou, slisováním této směsi na větší aglomeráty a rozdrčením těchto aglomerátů na požadovanou velikost zrna.

Poměr aktivátoru bělení k pomocnému granulačnímu prostředku činí obvykle 50 : 50 až 98 : 2, výhodně 70 : 30 až 96:4 % hmotnostních. Množství přísady se řídí zejména jejím druhem. Tak se okyselující přísady a organické katalyzátory pro zvýšení účinnosti perkyselin přidávají v množstvích od 0 do 20 % hmotnostních, zvláště v množstvích od 1 do 10 % hmotnostních, vztaženo na celkovou hmotnost, kovové komplexy se naproti tomu přidávají v koncentracích v oblasti ppm.

Jako potahující látky přicházejí v úvahu všechny sloučeniny, nebo jejich směsi, které jsou při teplotě místnosti pevné a při teplotách mezi 30 až 100 °C měknou nebo tají.

Jako příklady je možno uvést :

Mastné kyseliny s C_8 až C_{31} (například kyselina laurová, kyselina myristová, kyselina stearová); mastné alkoholy s C_8 až C_{31} ; polyalkenylglykoly (například polyethylenglykoly s molekulovou hmotností od 1.000 do 50.000 g/mol); neiontové sloučeniny (například polyalkoxyláty mastných alkoholů s C_8 až C_{31} s 1 až 100 moly EO); aniontové sloučeniny (například alkansulfonáty, alkylbenzensulfonáty, alfaolefinsulfonáty, alkylsulfáty, alkyethersulfáty s uhlovodíkovými skupinami s C_8 až C_{31}); polymery (například polyvinylalkoholy); vosky (například montánní vosky, parafinové vosky, esterové vosky, polyolefinové vosky); silikony.

V potahujících látkách, které měknou nebo se taví při teplotách od 30 °C do 100 °C se mohou kromě toho vyskytovat další látky, neměknucí nebo netající v této oblasti teplot, v rozpuštěné nebo suspendované formě, například: polymery (například homopolymery, kopolymery nebo roubované kopolymery nenasycených karboxylových kyselin a/nebo sulfonových kyselin, jakož i jejich soli s alkalickými kovy, ethery celulosy, škrob, ethery škrobu, polyvinylpyrrolidon), organické látky (například jednosytné nebo vícesytné karboxylové, hydroxykarboxylové nebo etherkarboxylové kyseliny se 3 až 8 uhlíkovými atomy , jakož i jejich soli); barviva; anorganické sloučeniny (například křemičitany, uhličitany, hydrogenuhlíčitany, sírany, fosforečnany, fosfonáty).

Podle požadovaných vlastností potahovaného granulátu může obsah potahující látky činit 1 až 30 % hmotnostních, výhodně 5 % až 15 % hmotnostních, vztaženo na potahovaný

granulátu aktivátoru.

K nanášení potahující látky se mohou použít míchačky (mechanicky vyvolaná fluidní vrstva) a přístroje s fluidním ložem (pneumaticky vyvolaná fluidní vrstva). Jako míchačky jsou vhodné například pluhové míchačky (kontinuální, nebo šaržovité), míchačky s kruhovou vrstvou nebo též míchačky Schugi. Při použití míchačky se temperování může provádět v predehřivači granulátu, a/nebo přímo v míchačce, a/nebo ve fluidním loži, zařazeném za míchačkou. Pro chlazení se mohou použít chladiče granulátu nebo chladiče s fluidním ložem. U přístrojů s fluidní vrstvou probíhá temperování horkým plynem, použitým pro fluidizaci. Postupem s fluidní vrstvou potažený granulát se může podobně jako při použití míchačky chladit v chladiči granulátu, nebo v chladiči s fluidní vrstvou. Při použití míchačky, jakož i při použití fluidního lože se potahující látka může nastříkovat stříkacím ústrojím pro jednu nebo pro dvě látky.

Temperování spočívá v tepelném zpracování při teplotě od 30 do 100 °C, avšak při teplotě tavení nebo měknutí dané potahovací látky, nebo pod ní. Výhodně se pracuje při teplotě, která leží těsně pod teplotou tavení nebo měknutí.

Velikost zrn potahovaného granulátu aktivátoru bělení činí od 0,1 do 2,0 mm, výhodně od 0,2 do 1,0 mm a obzvláště výhodně od 0,3 do 0,8 mm.

Přesná teplota při temperování, případně teplotní rozdíl k teplotě tavení potahující látky, závisí na množství potahu, na době temperování a na vlastnostech, požadovaných od potahovaného granulátu aktivátoru bělení. Pro každý systém se musí zjistit pokusně.

Doba temperování činí přibližně 1 až 180 minut, výhodně 3 až 60 minut, obzvláště výhodně od 5 do 30 minut.

Výhoda nového způsobu proti současnému stavu techniky spočívá v tom, že tekutý potahující prostředek neztuhne příliš rychle a tím má možnost vytvořit na povrchu granulátu tenký film. Tak se docílí velmi stejnoměrné potažení zrna v tenké vrstvě a optimální účinek potažení při použití minimálního množství potahující látky. Při obvyklém postupu, to je bez kroku temperování, dochází k příliš rychlému ztuhnutí jednotlivých kapiček na studeném povrchu granulátu. V důsledku toho je povrch obložen jen jemnými jednotlivými kapičkami a vykazuje ještě velká místa s chybným potahem. Požadovaný účinek potažení je tím docílen jen nedostatečně, případně je pro dosažení požadovaného účinku potažení potřebné značně větší množství potahující látky. To však ale snižuje obsah aktivační látky, což je často nežádoucí.

Způsobem podle vynálezu je možné vhodnou volbou potahující látky, množstvím potahu a teplotním vedením postupu v širokém rozmezí optimalizovat vlastnosti granulátu aktivátoru cíleně k požadavkům. Především je tím umožněna cílená optimalizace následujících vlastností granulátu aktivátoru.

1. Časově optimalizované uvolňování účinné látky

K zabránění vzájemného působení mezi bělicím systémem a enzymatickým systémem je výhodná časově zpožděná reakce a uvolnění účinné látky bělicího systému při současně rychlejším působením enzymů. Tak mohou enzymy v prvních minutách procesu praní plně rozvinout svůj prací účinek,

aniž by se při tom poškodil bělicí systém. Teprve poté, co enzymy svou práci vykonaly, se spustí reakcí aktivátoru bělení se zdrojem peroxidu vodíku proces bělení. Vhodným potažením aktivátoru bělení se může reaktivita, to je rychlost rozpouštění, případně rychlost tvorby perkyseliny cíleně uvést v soulad s enzymatickým systémem. U způsobu podle vynálezu je možné cílené nastavení rychlosti tvorby perkyseliny při současném minimálním množství potahující látky a tedy maximálním obsahu aktivátoru.

2. Zvýšení odolnosti proti otěru

Potažením granulí změkčující se anebo tavící se látkou se může zvýšit odolnost granulátu aktivátoru proti otěru. Při tom je zvýšení odolnosti proti otěru o to větší, čím lépe je povrch granulátu obalen potahující látkou. Způsobem potahování podle vynálezu se může vyvolat při minimálním množství potahující látky optimální nanesení potahující látky na povrch granulátu a tím optimální zlepšení odolnosti proti otěru.

3. Snížení podílu prachu

Způsobem potahování podle vynálezu, při němž se vhodným temperováním během kroku potahování a/nebo po něm zabrání příliš rychlému ztuhnutí změkčující se anebo tavící se látky, je při minimálním množství potahující látky možné optimální odprášení granulátu, protože potahující látka po delší dobu zůstává tekutá a pojivá a je tím schopná vázat více prachových částic. Při potahování postupem podle současného stavu techniky se v nepříznivém případě musí dokonce počítat se zvýšením prachového podílu v důsledku částečně přímého rozprašovacího sušení.

4. Zvýšení skladovací stability

Při skladování pracího nebo čisticího prostředku může dojít na hranici mezi zrnem aktivátoru a přímo sousedícím zrnem zdroje peroxidu vodíku k reakci s následnou ztrátou aktivního kyslíku a tím k nekontrolovanému odbourání bělicího systému. Optimálním potažením, které je možné jen pomocí způsobu potahování podle vynálezu, se na povrchu zrna vytvoří úplná ochranná vrstva, která pak podvazuje reakci zrna aktivátoru se zrnem zdroje peroxidu během skladování. Při použití potahujících látek, které jsou ve vodě rozpustné a/nebo nízko tající, se při procesu praní může přesto docílit potřebná bělicí účinnost.

Takto získané granuláty jsou vhodné pro přímé použití v pracích a čisticích prostředcích. Jsou ideální pro použití v komplexních pracích prostředcích, solích na odstraňování skvrn, v prostředcích pro myčky nádobí, v práškových univerzálních čisticích prostředcích a v čisticích prostředcích na chrup. V těchto komposicích se granuláty podle vynálezu většinou používají se zdroji peroxidu kyslíku. Příkladem pro to jsou monohydrát perboritanu, tetrahydrát perboritanu, peruhličitany, jakož i adukty peroxidu vodíku s močovinou nebo aminoxidy. Komposice vedle toho může podle současného stavu techniky vykazovat další složky pracího přípravku, jako jsou organické nebo anorganické komponenty a vedlejší komponenty, tensidy, enzymy, prací aditiva, optické bělicí prostředky a parfém.

Příklady provedení vynálezu

P ř í k l a d 1

Potahování v míchačce Schugi s dále zařazeným fluidním ložem pro temperování a chlazení

TAED 4303 (Hoechst AG) se kontinuálně dávkoval v množství 480 kg/h do míchačky Schugi (Flexomix 160, fa. Hosokawa Schugi) a postříkoval se taveninou kyseliny myristové o teplotě 75 °C. Potažený materiál padal přímo do dále zařazeného fluidního lože (Hosokawa Schugi) a tam se v první komoře po 5 až 10 minut temperoval při teplotě fluidního lože asi 54 °C a pak se chladil v druhé komoře při teplotách fluidního lože asi 35 °C. Pro účely srovnání (současný stav techniky) se TAED 4303 kontinuálně dávkoval v množství 480 kg/h do míchačky Schugi, postříkoval se taveninou kyseliny myristové o teplotě 75 °C a pak se přímo chladil v dále zařazeném fluidním loži při teplotě fluidního lože asi 35 °C.

Kvalita potažení produktů se posuzovala pomocí stanovení rychlosti tvorby kyseliny peroctové při teplotě 20 °C. Čím je tvorba kyseliny peroctové pomalejší, tím je vyšší stupeň docíleného potažení.

Pro stanovení rychlosti tvorby kyseliny peroctové se do kádinky o obsahu 2 l při 20 °C předložil 1 l destilované vody, 8,0 g zkušebního pracovního prostředku VMP a 1,5 g monohydrátu perboritanu a míchalo se magnetickým míchadlem s 250 až 280 otáčkami za minutu. Po 1 až 2 minutách se pak přidalo 0,5 g potahovaného granulátu TAED. Po jedné minutě se odpipetoval alikvotní podíl 50 ml a přelil se do

Erlenmayerovy baňky se 150 g ledu a 5 ml 20 % kyseliny octové. Po přidání 2 až 3 ml 10% roztoku jodidu draselného se titrovalo plynule 0,01 M roztokem thiosíranu sodného až k potenciometrickému bodu ekvivalence (Titroprocessor 716 DMS, fa. Metrohm) a ze spotřebovaného množství thiosíranu se vypočetlo množství kyseliny peroctové. V odstupu 2 až 5 minut se odebíraly další vzorky a titrovaly se jak bylo popsáno. Celý postup byl opakován tolikrát, až po třech následujících titracích byly nalezeny stejné, nebo dokonce klesající množství kyseliny peroctové. Maximálně zjištěné množství kyseliny peroctové pak bylo vzato za 100 % a na tomto základě se stanovilo množství vzniklé kyseliny peroctové v % po 5, 10 a 20 minutách jako míra rychlosti vzniku kyseliny peroctové.

Tabulka 1 : Rychlost tvorby kyseliny peroctové z granulátu TAED, potaženého v míchačce Schugi s dále zařazenou fluidní vrstvou (Produkty 1 a 4: srovnávací příklad)

Produkt č.	Granulát TAED	Vytvořená kys. peroctová (%)		
		5 min	10 min	20 min
1	Základní granulát (BG, nepotažen)	75	95	100
2	BG + 10 % kysel. myristové, temper.	11	21	55
3	BG + 15 % kysel. myristové, temper.	9	18	54
4	BG + 15 % kysel. myristové, chlazený	39	59	83

Temperováním se při stejném množství potahující látky může kvalita potahu, vyjádřená zpožděním tvorby kyseliny peroctové, výrazně zlepšit (porovnání produktů 3 a 4).

K docílení optimální kvality potahu je při vhodném temperování množství 10 % (produkt 2) potahující látky dostačující.

P ř í k l a d 2

Potahování ve fluidní vrstvě s následujícím temperováním

500 - 600 g TAED 4303 se předložilo do fluidní vrstvy (fluidní přístroj Strea 1, fa. Aeromatic) a postříkovalo se taveninou kyseliny stearové o teplotě asi 80 °C. V jednom případě při tom byla pro účely porovnání fluidní vrstva provozována při nižší teplotě a po ukončení postřikování byla ještě po asi 5 minut dochlazována (současný stav techniky). V jiném případě byl granulát potahovaný způsobem podle vynálezu znovu vložen do fluidní vrstvy a znovu temperován. Fluidní vrstva se k tomu postupně ohřála na 65 až 75 °C a tato teplota produktu byla asi 5 až 8 minut udržována konstantní. Temperovaný produkt byl potom postupně opět ochlazen.

Kvalita potahu byla opět zkoušena stanovením rychlosti tvorby kyseliny peroctové při teplotě 20 °C. Čím je pomalejší tvorba kyseliny peroctové, tím je lepší stupeň potahu.

Tabulka 2: Rychlost tvorby kyseliny peroctové z granulátu TAED, potahovaného ve fluidní vrstvě s následným temperováním (produkty 5, 8 až 10: srovnávací příklady)

Produkt č.	Granulát TAED	Vytvořená kys. peroctová (%)		
		5 min	10 min	20 min
5	Základní granulát(BG)	75	95	100
6	BG + 10 % kyseliny stearové, temperován	10	21	50
7	BG + 20 % kyseliny stearové, temperován	12	22	52
8	BG + 10 % kyseliny stearové, netemperován	70	85	98
9	BG + 20 % kyseliny stearové, netemperován	40	60	84
10	BG + 30 % kyseliny stearové, netemperován	20	35	60

Temperováním se může při stejném množství potahující látky kvalita potahu, vyjádřená zpožděním tvorby kyseliny peroctové, výrazně zlepšit (srovnání produktů 6 a 8, případně produktů 7 a 9).

K docílení optimální kvality potahu je při vhodném temperování postačující množství 10 % potahující látky (produkt 6).

Vliv temperování na kvalitu potahu se ukazuje též ve stabilitě skladování granulátů TAED v komposicích pracích prostředků.

Zkoušení stability skladování probíhalo v předem zhotovených skládačkách (výška 6,5 cm; šířka 3,2 cm; hloubka 6,5 cm) při teplotě 38 °C a při relativní vlhkosti vzduchu (rF) 80 % po období 28 dnů. Každá skládačka byla naplněna homogenní směsí 8,0 g zkušebního pracího prostředku VMP, 1,5 g peruhličitanu sodného a 0,5 g zkoušeného granulátu TAED a pak byla nahoře uzavřena samolepicí páskou. Všechny vzorky byly smíchány a naplněny ve stejný den. Naplněné a popsané skládačky pak byly postaveny do klimatické skříně v dostatečném odstupu od sebe a skladovány při 38° C a 80 % rF. Po 0, 3, 6, 9, 15, 23 a 28 dnech skladování se vzorky z klimatické skříně vyjmuly a celý vzorek se při 20 °C vnesl do 1 l destilované vody za míchání magnetickým míchadlem (250 až 350 ot/min) a přidalo se 1 g peruhličitanu sodného. Další stanovení vytvořeného množství kyseliny peroctové proběhlo podle údajů v příkladu. Z nalezené maximální hodnoty kyseliny peroctové se pak vypočítal obsah TAED ve vzorku. Stupeň uchování TAED představuje procentový obsah TAED ve vzorku po skladování, vztažený k obsahu TAED v neskladovaném vzorku.

Tabulka 3: Stabilita skladování u komposic pracích přípravků z granulátů TAED potahovaných postupem ve fluidní vrstvě s následným temperováním

Produkt č.	Granulát TAED	Stupeň uchování TAED po skladování(%)						
		dny 0	3	6	9	15	23	28
5	Základní granulát (BG)	100	24	14	12	10	9	8
6	BG + 10 % kys.stearové temperován	100	88	61	56	47	45	45
8	BG + 10 % kys. stearové netemperován	100	52	24	20	18	16	15

Při nízkých množstvích potahující látky 5 až 10 % je možné docílit zlepšení četných vlastností produktu, zde například skladovací stability komposic pracích prostředků, jen temperováním, to je jen pomocí způsobu podle vynálezu.

P ř í k l a d 3

Potahování postupem ve fluidní vrstvě se současným temperováním

TAED 4303 se dávkoval ohebným dávkovacím šnekem kontinuálně v množství 40 kg/h do přístroje s fluidní vrstvou (pokusný přístroj s fluidním ložem) a potahoval se

20 % kyseliny myristové. Doba prodlení ve fluidní vrstvě činila asi 30 minut. Produkt vynášený turniketovou propustí se podával dávkovacím šnekem do prosévacího stroje, kde se oddělil hrubý podíl, větší než 1 mm a jemný podíl, menší než 0,2 mm. Hrubý podíl se potom drtil v mlýně a pak spolu s jemným podílem se vracel ohebným dávkovacím šnekem do přístroje s fluidní vrstvou. V průběhu pokusu se teplota fluidního lože zvýšila z počátečních 46 °C na konečných 54 °C.

Kvalita potahu se zkoušela stanovením rychlosti tvorby kyseliny peroctové při teplotě 20 °C, jakož i stanovením podílu prachu menšího než 0,2 mm v potahovaném granulátu TAED. Čím je tvorba kyseliny peroctové pomalejší, tím je lepší docílený stupeň potažení. Čím je nižší podíl prachu, tím je lepší potažením docílené odprášení a zvýšení odolnosti proti otěru. Výsledky jsou uvedené v následující tabulce 4 .

Tabulka 4: Rychlost tvorby kyseliny peroctové z granulátu TAED, potahovaného ve fluidní vrstvě se současným temperováním (produkt 11: srovnávací příklad)

Produkt č.	Granulát TAED	Teplota ve fluidní vrstvě °C	Kyselina peroctová (%)			Prach (%)
			5 min	10min	20 min	
11	Zákl, gran.BG	-	75	95	100	-
12	BG + 20% kys. myristové	46	66	81	94	30
13	BG + 20% kys. myristové	49	48	68	87	15
14	BG + 20% kys. myristové	52	38	60	86	10
15	BG + 20% kys. myristové	54	20	36	62	5

Se stoupající teplotou fluidního lože, blíží se teplotě tání kyseliny myristové (55 °C), se výrazně zlepšuje kvalita potahu, vyjádřena zpožděním tvorby kyseliny peroctové, a dociluje se lepší odprášení a vyšší odolnost proti otěru, vyjádřené klesajícím podílem prachu menšího než 0,2 mm v potaženém granulátu.

P ř í k l a d 4

Potahování v pluhové míchačce se současným temperováním

1,2 kg granulátu TAED podle patentu EP-A-0 037 026 se

vneslo do dávkové pluhové míchačky (M5R, fa. Lödige) a za promíchávání s otáčkami míchacího ústrojí asi 150 ot/min. se postříkovalo 210 g taveniny kyseliny stearové o teplotě 80 °C. Při tom se obsah míchačky během kroku potahování zahříval topným pláštěm a temperoval se při teplotě 50 °C. Doba potahování a temperování činila asi 10 minut. Pro porovnávací účely se podle VO-94/2682Ž vneslo 1,2 kg granulátu TAED podle EP-A-0 037 026 do dávkové pluhové míchačky a při teplotě místnosti se za promíchávání při rychlosti míchacího ústrojí asi 150 otáček za minutu postříkovalo 210 g taveniny kyseliny stearové o teplotě 80 °C.

Kvalita potahu se zkoušela stanovením rychlosti tvorby kyseliny peroctové při teplotě 20 °C.

Tabulka 5: Rychlost tvorby kyseliny peroctové z granulátu TAED, potahovaného v pluhové míchačce s temperováním během kroku potahování (produkty 16 a 18: porovnávací příklady)

Produkt č. Granulát TAED		Kyselina peroctová (%)		
		5 min	10min	20 min
16	Základní granulát BG	81	96	100
17	BG+ 15 % kyseliny stearové temperován	44	61	79
18	BG+ 15 % kyseliny stearové netemperován	75	90	98

Bez temperování se sice může potažením docílit pozitivní vliv na odměšování v prášku (produkt 18), ale zlepšení četných dalších vlastností, zde na příklad zpoždění tvorby kyseliny peroctové, je možné pouze temperováním, to

je způsobem podle vynálezu (produkt 17).

Kladný vliv na odměšování, který byl docílen potahováním bez temperování, je pravděpodobně vyvolán ztuhnutím potahující látky ve formě kapiček, čímž je vyvoláno zakotvení zrn granulátu v sypkém materiálu. S tím ale není spojen žádný kladný vliv na další četné vlastnosti.

P ř í k l a d 5

Potahování v pluhové míchačce se současným temperováním

TAED 430š se kontinuálně dávkoval v množství 100 až 300 kg/h do pluhové míchačky (KT-160, fa. Drais). Při tom se obsah míchačky pomocí topného pláště temperoval na teploty v rozmezí 44 až 52 °C. Doba prodlení v míchačce činila 8 až 12 minut. Současně se do přední části míchačky (blíže ke vstupu produktu) vstříkovala tavenina kyseliny stearové o teplotě 80 °C. Množství potahující látky činilo 7 %. Míchačka pracovala s otáčkami míchacího ústrojí 90 otáček za minutu bez vložení rozrušovacích nožů. Stupeň naplnění míchačky byl nastaven tak, aby produkt právě překrýval hřídel míchačky. Potažený materiál se z míchačky kontinuálně odebíral a přímo se vedl na síto (0,2 až 1,0 mm), aby se oddělily jemné a hrubé podíly.

Kvalita potahu se zkoušela stanovením rychlosti tvorby kyseliny peroctové při teplotě 20 °C.

Tabulka 6: Rychlost tvorby kyseliny peroctové granulátu TAED potahovaného v pluhové míchačce se současným temperováním (produkt 19; srovnávací příklad)

Produkt č.	Granulát TAED	Teplota v mích.hmotě	Kyselina peroctová (%)		
			5 min	10min	20 min
19	Zákl.granulát	-	72	95	100
20	BG+7% kyseliny stearové	44	72	95	99
21	BG+7% kyseliny stearové	48	70	90	98
22	BG+7% kyseliny stearové	52	60	80	94

Se stoupající teplotou míchané hmoty, blíží se teplotě tání kyseliny stearové, se zvyšuje kvalita potahu, vyjádřená zpožděním tvorby kyseliny peroctové.

Patentové nároky

1. Způsob výroby potahovaného granulátu aktivátoru bělení, v y z n a č u j í c í s e t í m , že se základní granulát aktivátoru bělení obalí potahující látkou a že se současně nebo následně temperuje.
2. Způsob podle nároku 1, v y z n a č u j í c í s e t í m , že základní granulát aktivátoru má teplotu tavení nad 100 °C.
3. Způsob podle nároku 1 nebo 2, v y z n a č u j í c í s e t í m , že potahující látka má teplotu měknutí, nebo tavení v rozmezí od 30 do 100 °C.
4. Způsob podle jednoho nebo několika z nároků 1 až 3, v y z n a č u j í c í s e t í m , že se temperování provádí během kroku potahování, nebo po něm, při teplotách v blízkosti teploty měknutí nebo tavení potahující látky.
5. Způsob podle jednoho nebo několika z nároků 1 až 4, v y z n a č u j í c í s e t í m , že se jako aktivátory bělení používají N-acylované aminy, amidy, laktamy, acyloxybenzensulfonáty, acylované cukry, aktivované estery karboxylových kyselin, anhydridy karboxylových kyselin, laktony, acylaly, oxamidy, a/nebo nitrily, které mohou obsahovat kvarterní amoniovou skupinu.
6. Způsob podle jednoho nebo několika z nároků 1 až 5,

- v y z n a č u j í c í s e t í m , že se jako potahující látky používají mastné kyseliny, mastné alkoholy, polyalkylenglykoly, neiontové tensidy, aniontové tensidy, polymery, vosky, a/nebo silikony.
7. Způsob podle jednoho nebo několika z nároků 1 až 6, v y z n a č u j í c í s e t í m , že potahující látka obsahuje polymery, organické a/nebo anorganické látky v rozpuštěné nebo suspendované formě.
8. Způsob podle jednoho nebo několika z nároků 1 až 7, v y z n a č u j í c í s e t í m , že obsah potahující látky činí 1 až 30 % hmotnostních, výhodně 5 až 15 % hmotnostních, vztaženo na potažený granulát aktivátoru.
9. Způsob podle jednoho nebo několika z nároků 1 až 8, v y z n a č u j í c í s e t í m , že nanášení potahující látky probíhá v míchačce, nebo v přístroji s fluidním ložem.
10. Způsob podle jednoho nebo několika z nároků 1 až 9, v y z n a č u j í c í s e t í m , že velikost zrna potahovaného granulátu aktivátoru bělení činí 0,1 až 2,0 mm, výhodně 0,2 až 1,0 mm a obzvláště výhodně 0,3 až 0,8 mm.
11. Způsob podle jednoho nebo několika z nároků 1 až 10, v y z n a č u j í c í s e t í m , že základní granulát aktivátoru obsahuje až 20 % hmotnostních, vztaženo na hmotnost základního granulátu aktivátoru, jedné nebo více přísad, zvolených ze skupiny, tvořené anorganickými kyselinami, organickými kyselinami, komplexotvornými sloučeninami, ketony, nebo kovovými komplexy.
12. Potahovaný granulát aktivátoru bělení, vyrobený

způsobem podle jednoho nebo několika z nároků 1 až 11.

13. Prací, čisticí, bělicí a dezinfekční prostředek, obsahující potahovaný granulát aktivátoru bělení, vyrobený způsobem podle jednoho nebo několika z nároků 1 až 11.