

PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

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

(21) Číslo dokumentu:

2000 - 3996

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(22) Přihlášeno: **17.04.1999**

(32) Datum podání prioritní přihlášky: **28.04.1998**

(31) Číslo prioritní přihlášky: **1998/19818966**

(33) Země priority: **DE**

(40) Datum zveřejnění přihlášky vynálezu: **16.01.2002**

(Věstník č. 1/2002)

(86) PCT číslo: **PCT/EP99/02595**

(87) PCT číslo zveřejnění: **WO99/55820**

(13) Druh dokumentu: **A3**

(51) Int. Cl. ⁷:

C 11 D 11/00

C 11 D 17/06

(71) Přihlašovatel:

**HENKEL KOMMANDITGESELLSCHAFT AUF
AKTIEN, Düsseldorf, DE;**

(72) Původce:

Harth Hubert, Perchtoldsdorf, AT;
Madle Petra-Stefanie, Wien, AT;
Nitsch Gisela, Bisamberg, AT;
Pfeifer Franz, Wien, AT;
Seif Johann, Senftenberg, AT;
Senger Herbert, Wien, AT;

(74) Zástupce:

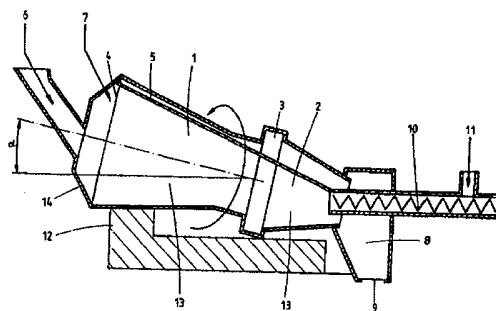
Korejzová Zdeňka JUDr., Spálená 29, Praha 1, 11000;

(54) Název přihlášky vynálezu:

Způsob výroby granulátu

(57) Anotace:

Homogenní granuláty stabilní při skladování, které mají detergentní nebo čisticí vlastnosti, o sypané hmotnosti, která nepřevyšuje 85 % teoretické sypané hmotnosti na litr vypočtené normální metodou výpočtu, se získávají aglomerací jedné nebo více pevných látek s jednou nebo více granuláčními kapalinami v mísiči (13), který je rozdělen do zóny mísení (1) a zóny dodatečného mísení (2) a obsahuje odrazecí lištu (5), která je upevněna v čelní desce (4), odkud prochází celou zónou mísení (1) a popřípadě zasahuje do zóny dodatečného mísení (2). To umožňuje výrobu produktu, zvláště speciálních detergentů, například pro praní jemného prádla, vlny nebo záclon, které mají sypané hmotnosti přibližně do 500 g/l, které odpovídají sypaným hmotnostem normálních moderních detergentů, ale z hlediska složení představují koncentráty.



Způsob výroby granulátu

Oblast techniky

Předkládaný vynález se týká způsobu výroby granulátů s pracími nebo čistícími účinky, se sypnými hmotnostmi, které jsou nižší než
5 hodnoty zjištěné normální metodou výpočtu, přičemž granuláty jsou sypké a homogenní, mícháním a aglomerací a popřípadě následným zpracováním.

Dosavadní stav techniky

10 Ačkoli dnešní trendy směřují stále více k těžším pracím nebo čistícím prostředkům se sypnými hmotnostmi 650 g/l a více, s výhodou více než 700 g/l, trvá stále ještě potřeba pracích nebo čistících
15 prostředků se sypnými hmotnostmi nižšími než 700 g/l. Zvláště v zeměpisných oblastech, ve kterých hraje velkou roli ruční praní prádla nebo ve kterých se pro praní používají převážně vanové pračky, musí být použité prací prostředky rozpustné rychle a bez příliš velkého mechanického působení. V případě mísených a granulovaných produktů je tento požadavek dosud možné zajistit pouze sníženou sypnou hmotností prostředků.

20 Na moderní granulát s pracími nebo čistícími účinky jsou obvykle kladeny požadavky dostatečné stability při skladování z hlediska sypkosti granulovaných výrobků. Tento požadavek se dnes obvykle splňuje případně za pomoci tzv. povrchových modifikátorů, které pokrývají povrch granulátů a zabraňují vzájemnému slepování částic
25 granulátu. Další požadavek, totiž makroskopicky homogenní produkt, u kterého nedochází k rozměšování složek při výrobě a plnění, a k separaci různých jakostí prášku s rozdílnou hustotou, a který se vyrábí mísením a granulací, aby se zabránilo rozdělování jednotlivých složek

při dopravě nebo skladování, může však ještě dnes způsobovat problémy v závislosti na použitých surovinách a zařízeních, která jsou k dispozici. Pokud se jako další požadavek připojí předpoklad určité sypné hmotnosti při větší variabilitě receptury, je za současných
5 možností nezbytné, aby odborník přistoupil na kompromisy.

Při obvyklých způsobech rozprašovacího sušení se sice získávají relativně sypké a homogenní produkty, avšak složky pracích nebo čisticích prostředků citlivé na hydrolýzu nebo působení teploty, například peroxidové bělicí prostředky nebo enzymy, musí být
10 přidávány dodatečně. Protože přímý produkt rozprašovacího sušení má za normálních okolností sypné hmotnosti pouze kolem 300 až 550 g/l, pokud jsou požadovány vyšší sypné hmotnosti, musí se takový produkt ještě dodatečně granulovat, jak je dostatečně známo z patentové literatury. Jestliže se přidávají výlučně těžší složky, může
15 sice dojít popřípadě ke zvýšení sypné hmotnosti, přináší to však sebou nebezpečí rozměšování při dopravě a skladování. Kromě toho je rozprašovací způsob sušení ekonomicky nevýhodný z hlediska vyšších nákladů, protože se hlavní složka pracího prostředku vyrábí rozprašovacím sušením.

20 V současné době existuje celá řada mísičů a granulátorů, ve kterých je možno vyrábět buď těžké nebo lehké granuláty. Tak například v pluhovém mísiči firmy Lödige se dosahuje vysoké sypné hmotnosti (dosahuje se přibližně sypné hmotnosti, která vychází při použití normálního způsobu výpočtu „součet hmotnostních podílů
25 jednotlivých pevných látek násobený jejich sypnými hmotnostmi a součet hmotnostních podílů kapalných podílů násobených jejich hustotou“, nebo jsou sypné hmotnosti při účinném provozu mísiče pouze o něco nižší), přičemž však za normálních okolností nedochází k dostatečné aglomeraci a proto se získávají nehomogenní granuláty a
30 relativně široké spektrum velikosti zrna s hrubozrnnými a jemnozrnnými podíly. Kromě toho dochází alespoň částečně k rozpadu

zrna použitých hrubších pevných látek. Tyto výrobky mají sklon k rozměšování.

Zatímco mísiče a granulátory, jako jsou pluhové mísiče, je možno charakterizovat jako pohyblivá zařízení, vyznačují se tzv. 5 mísiče s volným pádem materiálu tím, že neobsahují žádné pracovní nástroje, a patří do skupiny mísičů s otáčivými nádobami. V těchto zařízeních se míchaný materiál zvedá působením tření o stěnu, popřípadě vestavěných prvků, a padá působením tíhového zrychlení opět dolů.

10 V tzv. mísičích s dvojitým kuželem, které patří do skupiny mísičů s volným pádem, a ve kterých se normálně získávají granuláty s pracími nebo čistícími účinky se sypnými hmotnostmi odpovídajícími teoretickému výpočtu, se mísí pevné složky sice jinak než ve shrnovacím mísiči, tedy šetrně a bez rozpadání zrna, nehomogenita 15 produktu však zůstává. To ukazuje na nedostatečnou aglomeraci.

Pokud odhlédneme od několika výjimek, kdy se granulují kašovité výchozí látky, zpracovávají se při míchání a aglomeraci obvykle jedna nebo více pevných látek za pomoci granulačních kapalin. Tak se například popisuje v mezinárodní patentové přihlášce 20 WO 97/21487 způsob výroby granulátů s pracími nebo čistícími účinky, přičemž voda nebo vodné roztoky a/nebo vodné disperze se přidávají pouze v takových množstvích, která nepřekročí schopnost hotového stabilního granulátu vázat vodu. Sypné hmotnosti u provedení uváděných v příkladech se pohybují mezi 650 g/l a 780 g/l. 25 O homogenitě produktů a o případném nastavení sypné hmotnosti granulátů se zde žádné údaje nevyskytují; z výhodného výběru mísičů/granulátorů, které vyžadují vysoký vstup energie, lze však usoudit, že sypné hmotnosti v případě uvedené receptury není možno volně měnit a/nebo že vyrobené granuláty založené na popsanych 30 provedeních vykazují výrazné nehomogenity.

Další problém představuje homogenní zapracování složek přidávaných v menším množství (minoritních složek), které se používají v pracím nebo čisticím prostředku v množství například do 10 % hmotnostních. K těmto látkám patří pomocné buildery, optické zjasňující látky, sekvestrační prostředky, inhibitory zešednutí, mýdla, barviva, parfémy atd. V tomto případě navrhuje německá patentová přihláška DE-A-196 51 072 umístit takové v menším množství přítomné složky do odděleného aditiva, přičemž použitím tohoto aditiva je snaha dosáhnout přesného dávkování a homogenní rozdělení složek přítomných v menším množství v celkovém pracím nebo čisticím prostředku.

Jak již ukazují oba výše uvedené dokumenty, ve směsných produktech je obvykle obsažen základní granulát, ke kterému se dodatečně přidává větší počet dalších složek, nebo se odděleně vyrobí více směsí (kompozic) obsahujících vždy alespoň dvě složky s pracími nebo čisticími účinky, a potom se mísí za případného přimíchávání dalších surovin. Typickými dodatečně přidávanými složkami jsou například peroxidové bělicí prostředky jako je perborát a/nebo perkarbonát, které mohou mít sypné hmotnosti mezi 800 a 1000 g/l, nebo síran sodný, který má sypnou hmotnost až do 1500 g/l, a v některých prostředcích může být stále ještě obsažen v množstvích až do 45 % hmotnostních. Jako dodatečně přidávané složky se také případně nabízejí těžké uhličitany sodné nebo aktivátory bělení. Uvedené dodatečně přidávané složky se sypnými hmotnostmi převyšujícími 700 g/l je možno do těžkých pracích nebo čisticích prostředků sice zapracovat relativně snadno; v případě pracích nebo čisticích prostředků, které mohou mít sypné hmotnosti nižší než 650 g/l, musí mít odpovídající nižší sypnou hmotnost nejen další složky; i v důsledku rozdílů v sypných hmotnostech jednotlivých granulárních složek vzniká velké nebezpečí rozměšování. V případě těžkých síranů sodných navíc přichází ještě skutečnost, že síran sodný

je relativně jemnozrnný a má sklon usazovat se v zabalených krabicích při skladování a především během transportu na dně balení.

Tetraacetylethylendiamin (TAED), který je dnes ještě nejčastěji používaným aktivátorem bělení, má sice sypnou hmotnost pouze mezi
5 500 až 600 g/l; v pracích nebo čisticích prostředcích, které mohou mít sypnou hmotnost pouze například 400 g/l, je však TAED těžší složkou a může být považován za problematickou surovinu.

Úkolem vynálezu je tedy připravit granuláty s pracími nebo čisticími účinky se sypnými hmotnostmi, které jsou nižší než teoretické
10 sypné hmotnosti, které lze zjistit normální metodou výpočtu, pomocí mísení a aglomerace, přičemž hotové granuláty by měly být vedle dostatečné stability při skladování (sypkost) především také homogenní, a sypná hmotnost má být při konstantní receptuře alespoň v určitém rozmezí měnitelná. Především těžší složky se sypnými
15 hmotnostmi, které jsou vyšší než požadovaná sypná hmotnost konečného produktu, by mělo být možno zapracovat takovým způsobem, aby hotové výrobky neměly sklon k rozměšování.

Podstata vynálezu

Úloha se řeší podle předkládaného vynálezu tak, že pevná látka nebo více pevných látek a granulační kapalina nebo více granulačních kapalin se aglomerují v otočné nádobě nebo mísicím zařízení 13, které je rozděleno na zónu mísení 1 a zónu dodatečného mísení 2, a které je opatřeno odrážecí lištou 5, která je upevněna na čelní desku 4,
25 a která odtud prochází celou zónou mísení 1 a popřípadě zasahuje do zóny dodatečného mísení 2, a popřípadě se dále upravují, přičemž se nastaví sypná hmotnost, která je maximálně 85 % teoretické hmotnosti jednoho litru materiálu, kterou je možno zjistit normální metodou výpočtu.

V rámci předkládaného vynálezu se normální metodou výpočtu rozumí taková metoda, při které se sypná hmotnost hotového pevného produktu, jak již bylo uvedeno výše, získá sečtením jednotlivých sypných hmotností přítomných pevných surovin nebo směsí a provede se přepočet na základě jejich hmotnostního podílu v hotovém pevném produktu. Kapalně složky, tedy granulační kapalina, popřípadě granulační kapaliny, přistupují analogicky na základě jejich hustoty.

S výhodou se přitom nastavují sypné hmotnosti, které představují pouze maximálně 80 % a zvláště pouze maximálně 75 % výše uvedených vypočtených teoretických sypných hmotností. Zvláště výhodné jsou konečné výrobky získané předkládaným způsobem se sypnými hmotnostmi nižšími než 650 g/l.

Jako pevné látky mohou být použity suroviny a/nebo směsi, přičemž směsi obsahují v rámci předkládaného vynálezu alespoň dvě různé složky používané obvykle v pracích nebo čisticích prostředcích a jsou předem vyrobeny rozprašovacím sušením, granulací, válcovou kompaktizací nebo extruzí. Použité suroviny mohou být jemnozrné, ale také hrubozrnější, přičemž způsob podle předkládaného vynálezu má tu výhodu, že je možno bez problémů zapracovat i relativně jemnozrný materiál. Protože výroba a následné další zpracování směsí může být z ekonomického hlediska nevýhodné, je v jednom provedení vynálezu s výhodou použito jako pevných látek pouze jedné až tři různých směsí. Zvláště výhodné je přitom přidávat navíc ke směsím ještě alespoň jednu další pevnou surovinu jako pevnou přídavnou složku. Ve zvláště výhodném provedení se při předkládaném způsobu nepřidávají žádné směsi získané rozprašovacím sušením. Přitom je také možné, že se jako pevné látky nepoužívají vůbec žádné směsi, ale pouze pevné suroviny. Způsob podle předkládaného vynálezu přitom přináší výhodu, že je možno přímo přimíchávat i tzv. pevné složky přítomné v menším množství. Přitom je možno postupovat například tak, že se pevné látky dohromady naváží na příváděcí pásový dopravník, tzv. sběrný

dopravník pro složky, a přidávání pevných složek přítomných v malém množství, zvláště takových, které se používají v množstvích maximálně 2 % hmotnostní, probíhá přímo před přivedení pevných látek do mísiče, tedy jako poslední pevné látky nebo posledních pevných látek.

5 Zvláštní předběžné mísení pevných látek v odděleném mísiči, tedy výroba tzv. předsměsi, která je v jiných způsobech zcela obvyklá, není při způsobu podle předkládaného vynálezu rovněž nezbytná.

Protože z ekonomických důvodů je výhodné, jestliže ani po aglomeračním způsobu, ani po případném zpracování nenavazuje krok

10 sušení, avšak ve fázi aglomerace se může přidávat voda a konečné produkty nemají mít sklon ke slepování, je v další výhodné formě provedení vynálezu výhodné přidávat alespoň jednu přesušenou pevnou látku (surovinu nebo směs), takže obsah vody v použitých pevných látkách, popřípadě ve směsi pevných látek, je celkově nižší

15 než schopnost veškerých pevných látek, popřípadě směsi pevných látek, vázat vodu. V dalším výhodném provedení vynálezu se vodná granulační kapalina přidává pouze v takových množstvích, že se nepřekročí schopnost aglomerátů vázat vodu. Pro určení schopnosti vázat vodu a pro přidávání vodných granulačních kapalin k pevným

20 látkám za předpokladu, že nesmí dojít k překročení schopnosti hotového produktu vázat vodu, se výslovně poukazuje na zveřejněnou mezinárodní patentovou přihlášku WO-A-97/21487.

Podle předkládaného vynálezu se v rámci předkládaného způsobu přidává alespoň jedna granulační kapalina, s výhodou se

25 však přidávají alespoň dvě různé granulační kapaliny. Je však obecně možné v rámci způsobu přidávat tři, čtyři nebo pět, podle potřeby také ještě více různých granulačních kapalin. Granulační kapaliny mohou být nevodné nebo vodné povahy. Je také například možné, že jako jediné granulační kapaliny se použije voda, vodný roztok nebo vodná

30 disperze. Ve výhodném provedení vynálezu se však při použití pouze jediné granulační kapaliny používá granulační kapalina nevodné povahy. V rámci předkládaného vynálezu se pod pojmem nevodná

granulační kapalina rozumí zvláště taková pomocná látka, která je obvyklou složkou - popřípadě ve vodném roztoku nebo disperzi - pracích nebo čistících prostředků a při teplotě provádění způsobu se vyskytuje ve formě kapaliny nebo taveniny.

5 Ve výhodném provedení vynálezu se používají alespoň dvě různé granulační kapaliny. Přitom je zvláště výhodné, jestliže je alespoň jedna z nich výše uvedenou nevodnou granulační kapalinou, zatímco alespoň jedna další granulační kapalina je voda, vodný roztok nebo vodná disperze.

10 V dalším výhodném provedení vynález předpokládá, že se při provádění způsobu přidává 0,5 až 15 % hmotnostních a zvláště 1 až 10 % hmotnostních, zvláště výhodně od 1,5 do 7 % hmotnostních granulační kapaliny.

 Jako nevodná granulační kapalina jsou vhodné zvláště kapalné,
15 popřípadě zkapalněné nebo roztavené neiontové tensidy, parafiny, silikonové oleje, vonné látky, mastné kyseliny, tavitelné polyestery a známé složky uvolňující nečistoty (soil release) pracích prostředků.

 Jako kapalné nebo zkapalněné neiontové tensidy se používají s výhodou alkoxylované, výhodně ethoxylované, zvláště primární
20 alkoholy obsahující s výhodou 8 až 18 atomů uhlíku a v průměru 1 až 20 mol ethylenoxidu (EO) na mol alkoholu, zvláště v průměru 14 EO na mol alkoholu, ve kterých může být zbytek alkoholu přímý nebo s výhodou rozvětvený v poloze 2 methylovou skupinou, popřípadě mohou být přímé a methylovou skupinou rozvětvené zbytky obsaženy
25 ve směsi, jak se obvykle ve zbytcích oxoalkoholů vyskytují. Zvláště výhodné jsou však ethoxyláty alkoholů s přímými zbytky z alkoholů přírodního původu s 12 až 18 atomy uhlíku, například kokosový, palmový, palmojádrový, lojový alkohol nebo oleylalkohol, které obsahují v průměru 2 až 8 EO na mol alkoholu. K výhodným
30 ethoxylovaným alkoholům patří například C₁₂-C₁₄ alkoholy nebo C₁₂-C₁₅ alkoholy s 3 EO nebo 4 EO, C₉-C₁₁ alkoholy se 7 EO, C₁₃-C₁₅

alkoholy s 3 EO, 5 EO, 7 EO nebo 8 EO, C₁₂-C₁₈ alkoholy s 3 EO, 5 EO nebo 7 EO a směsi těchto látek, jako jsou směsi C₁₂-C₁₄ alkoholu nebo C₁₂-C₁₅ alkoholu s 3 EO a C₁₂-C₁₈ alkoholu se 7 EO. Uvedené stupně ethoxylace představují statistické střední hodnoty, které mohou pro konkrétní produkt nabývat celých čísel nebo zlomků. Výhodné ethoxyláty alkoholů mají zúžené rozdělení homologů (narrow range ethoxylates, NRE).

Další třídou s výhodou používaných neiontových tensidů, které se používají jako jediný neiontový tensid nebo v kombinaci s jinými neiontovými tensidy, zvláště společně s alkoxylovanými mastnými alkoholy a/nebo alkylglykosidy, jsou alkoxylované, s výhodou ethoxylované nebo ethoxylované a propoxylované alkylestery mastných kyselin, které s výhodou obsahují 1 až 4 atomy uhlíku v alkylovém řetězci, zvláště methylestery mastných kyselin, které se popisují například v japonské patentové přihlášce JP 58/217598, nebo které se s výhodou vyrábějí způsobem popsáním v mezinárodní patentové přihlášce WO-A-90/13533. Zvláště výhodné jsou methylestery C₁₂-C₁₈ mastných kyselin obsahující v průměru 3 až 15 EO, zvláště v průměru 5 až 12 EO.

Vhodné mastné kyseliny jsou zvláště nasycené mastné kyseliny, jako je kyselina laurová, myristová, palmitová, stearová, hydrogenované kyselina eruková a kyselina behenová, a zvláště směsi odvozené z přírodních mastných kyselin, zvláště kokosových, palmojádrových nebo lojových mastných kyselin.

Protože množství popřípadě přidávané vody závisí na každém konkrétním případě, nelze uvést žádná přesná množství, která v každém případě povedou k úspěchu. Ve výhodném provedení vynálezu je však množství vody přidané jako granulační kapalina v závislosti na směsi určené k aglomeraci 0,5 až 10 % hmotnostních a zvláště 1 až 7 % hmotnostních, vždy vztaženo na směs jako celek. Přitom nezáleží na tom, zda je voda přiváděna při provádění způsobu

jako samostatná surovina nebo ve formě vodného roztoku nebo ve formě vodné disperze. Protože však na aglomeraci nenavazuje žádný krok sušení, nepřidává se ve výhodném provedení vynálezu voda jako jediný pomocný aglomerační prostředek, aby se množství přidané vody
5 udrželo na co nejnižší úrovni.

Jako vodné roztoky jsou výhodné roztoky anorganických a/nebo organických builderových látek. Zde přicházejí v úvahu zvláště také roztoky alkalických křemičitanů, alkalických uhličitanů, ale také polykarboxylátů, zvláště citrátů, (ko)polymerních polykarboxylátů
10 a etherů celulózy jako jsou karboxymethylcelulózy nebo methylcelulózy. Vhodnou granulační kapalinou jsou také vodné tensidové pasty na bázi aniontových a/nebo neiontových tensidů. Je možno například použít vysoce koncentrované pasty alkylbenzensulfonátů a alkylsulfátů. Zde je také zvláště výhodné
15 použití neiontových tensidových past, jako jsou pasty alkylglykosidů, amidů polyhydroxymastných kyselin nebo již uvedených ethoxylátů methylesterů mastných kyselin.

Alkylglykosidy jsou tensidy obecného vzorce $RO(G)_x$, kde R znamená primární přímý nebo methylovou skupinou rozvětvený,
20 zvláště v poloze 2 methylovou skupinou rozvětvený alifatický zbytek s 8 až 22, s výhodou 12 až 18 atomy uhlíku a G je symbol, který znamená glykózovou jednotku s 5 nebo 6 atomy uhlíku, s výhodou glukózu. Stupeň oligomerace x, který udává rozdělení monoglykosidů a oligoglykosidů, je libovolné číslo mezi 1 a 10; s výhodou je hodnota x
25 1,1 až 1,4.

Amidy polyhydroxymastných kyselin mají obecný vzorec (I)



kde skupina R^1CO znamená alifatický acylový zbytek s 6 až 22 atomy uhlíku, R^2 znamená atom vodíku, alkylový nebo hydroxyalkylový zbytek s 1 až 4 atomy uhlíku a $[Z]$ znamená přímý nebo rozvětvený polyhydroxyalkylový zbytek s 3 až 10 uhlíkovými atomy a 3 až 10 hydroxylovými skupinami. amidy polyhydroxymastných kyselin se s výhodou odvozují od redukujících cukrů s 5 nebo 6 atomy uhlíku, zvláště od glukózy.

V dalším výhodném provedení vynálezu se předpokládá, že jsou prostředky vyrobené podle předkládaného vynálezu zbarvené. K tomu se používají s výhodou vodné roztoky barviv nebo kombinace takových roztoků barviv a nevodné granulační kapaliny, zvláště neiontového tensidu.

Mohou být také používány směsi roztoků barviv a neiontových tensidů. Ve výhodném provedení se ovšem vodné disperze neiontových tensidů nepoužívají. Je výhodnější použít vedle alespoň jedné nevodné granulační kapaliny alespoň jednu další vodnou granulační kapalinu. Přitom je zvláště výhodné použití neiontových tensidů, vonných látek a/nebo parafinů, které jsou při teplotě provádění způsobu, s výhodou při teplotách od teploty okolí do $60\text{ }^{\circ}\text{C}$, kapalné. S výhodou se používají vodné kapaliny a nevodné kapaliny v hmotnostních poměrech kolem $1,5 : 1$ až $1 : 1,5$ a zvláště $1,2 : 1$ až $1 : 1,2$.

Otočnou nádobou nebo mísicím zařízením 13 je s výhodou míchací buben kuželovitého tvaru, který je uspořádán naležato, s výhodou však může být proti horizontální rovině skloněn. Úhel sklonu α je s výhodou menší než 45° , přičemž jako zvláště výhodné se osvědčily úhly sklonů menší než 20° . Mísicí buben 13 je rozdělen na dvě části, čímž vzniká vlastní zóna mísení 1 a zóna dodatečného mísení 2. Ve výhodném provedení je poměr délky mísicí zóny 1 : délce zóny dodatečného mísení 2 alespoň $1 : 1$, s výhodou ale $(70-55) : (30-45)$. Mísicí buben 13 má alespoň jednu možnost

přidávání pevných látek 6, přičemž tyto látky se s výhodou přidávají v místě větší kruhové plochy bubnu. Kromě toho je mísicí buben 13 opatřen také alespoň jednou možností přidávání kapalin 7, zvláště tryskami, s výhodou 1 až 5 tryskami, přičemž různé granulační kapaliny se přivádějí různými tryskami, ale je také možné přivádět stejnou granulační kapalinu různými tryskami. Trysky pro jednu látku jsou přitom stejně vhodné jako trysky pro více látek a/nebo vstřikování plynů, zvláště vzduhu nebo vodní páry jako pomocných prostředků, tryskami. Jestliže se například jako granulační kapaliny používají dva různé neiontové tensidy jako C₁₂-C₁₈ alkohol se 7 EO a C₁₂-C₁₄ alkohol nebo C₁₂-C₁₅ alkohol s 3 EO, mohou se při provádění způsobu tyto látky přivádět buď ve formě směsi, tryskou pro dvě látky nebo dvěma tryskami.

Ve výhodném provedení vynálezu je mísicí buben 13 na větší kruhové ploše mísicího bubnu 13 opatřen přívodem pevných látek 6, kolem kterého mohou být upraveny různé trysky 7. Tak je možno výhodným způsobem homogenně rozdělit také kapalné složky přidávané v menších množstvích.

Mísicí buben 13 je s výhodou rozdělen pohonem 3, například zubovým věncem, na zónu mísení 1 a zónu dodatečného mísení 2.

Pro způsob podle předkládaného vynálezu podstatná součást mísicího bubnu 13 se skládá z odrážecí lišty 5, která je upevněna na čelní desku 4 první části mísiče a odtud prochází celou mísicí zónou 1 a s výhodou zasahuje až do zóny dodatečného mísení 2, s výhodou však nevstupuje do zóny dodatečného mísení 2 přes polovinu její délky. Zvláště výhodné je, jestliže odrážecí lišta 5 zasahuje pouze do první třetiny délky zóny dodatečného mísení 2. Odrážecí lišta 5 jako gtaková může mít šířku například 50 až 150 mm, s výhodou 75 až 130 mm. Horní hrana odrážecí lišty 5 je ve vzdálenosti od vnitřní stěny mísiče 14, která tvoří s výhodou maximálně 10 % nejmenšího průměru bubnu v mísicí zóně 1, s výhodou maximálně 5 % nejmenšího

průměru bubnu v mísicí zóně 1 a zvláště 5 až 25 mm, s výhodou méně než 20 mm, například 5 až 15 mm. V zóně dodatečného mísení 2 může být vzdálenost od nejbližší vnitřní stěny mísiče větší než vzdálenost v zóně mísení 1; obvyklé jsou hodnoty mezi 100 a 300 mm.

5 Zařízení podobná zařízení zobrazenému na obr. 1, která mohou být rovněž použita, byla popsána například v časopisu SÖFW, 99. ročník, str. 358 až 359 (1973) a SÖFW, 94. ročník, str. 234 až 235 (1968).

10 Po průchodu zónou dodatečného mísení 2 může hotový produkt vystupovat buď přímo přes výpádovou jednotku 8 a výpad 9 nebo může být ještě připraven dopravním zařízením 10, ve kterém je možno přidávat další prášky, zvláště povrchové modifikátory známého typu přívodem pevných látek 11. Jestliže dopravní a dávkovací šnek 10 zasahuje až do zóny dodatečného mísení 2 (možné je také přímé
15 napojení dopravního zařízení 10 na vynášecí jednotku 8), je výhodné, jestliže šnek 10 zasahuje pouze maximálně do druhé poloviny délky zóny dodatečného mísení 2 a tedy nezasahuje do části zóny dodatečného mísení 2, která je opatřena odrážecí lištou 5. Ve zvláštní formě provedení vynálezu je odrážecí lišta 5 umístěna na šneku 10.

20 Jako zaprašovací prostředek nebo látka pro modifikaci povrchu mohou být použity všechny známé jemnozrnné látky používané v této skupině. S výhodou se přitom jedná o amorfnní a/nebo krystalické hlinitokřemičitany, jako je zeolit A, X a/nebo P, různé druhy kyselin křemičitých, stearan vápenatý, uhličitany, sírany, ale také jemnozrnné
25 směsi, například z amorfnních křemičitanů a uhličitanů.

Jako pevné výchozí látky mohou být použity všechny suroviny a/nebo směsi, které se obvykle v pevné nebo zpevněné formě používají v pracích nebo čisticích prostředcích, zvláště z oblasti aniontových, neiontových, kationtových a/nebo amfoterních tensidů,
30 anorganických a organických builderových látek a organických builderových kyselin, peroxidových bělicích prostředků, aktivátorů

bělení a katalyzátorů bělení, anorganických solí jako jsou uhličitany nebo hydrogenuhlíčitany sodný nebo draselný, které reagují ve vodě alkalicky, amorfni nebo krystalické křemičitany sodné, neutrálně reagující soli jako je síran sodný nebo draselný a kyseliny reagující soli
5 jako je hydrogensíran sodný nebo draselný, enzymy, inhibitory zbarvení, inhibitory zešednutí, odpuzovače nečistot, inhibitory pění, komplexotvorné látky, například fosfonáty a popřípadě opticky zjasňující látky a regulátory pH. Pro přesný popis těchto složek je možno odkázat na početnou patentovou literaturu, která je v oblasti
10 prací nebo čisticích prostředků k dispozici. Odborník v oboru potom může snadno určit, které z pevných složek mají být jako suroviny nebo jako předem připravené směsi použity.

Je zvláště výhodné, že se těžké látky, které se často z nejrůznějších důvodů přidávají dodatečně, přivádějí přímo při
15 aglomeraci. K těmto látkám patří síran sodný, který i dnes v některých zemích tvoří až 45 % hmotnostních prací prostředků, ale také uhličitany sodný a hydrogenuhlíčitany sodný, stejně jako peroxidové bělicí prostředky jako je monohydrát perboritanu sodného, tetrahydrát perboritanu sodného a/nebo peruhlíčitany sodný. K těžším složkám
20 prací prostředků, které mohou mít podle potřeby sypanou hmotnost nižší než 500 g/l, patří také granulované aktivátory bělení, které mají často sypanou hmotnost 500 až 600 g/l. Přitom je výhodné, že se mohou při výrobě přivádět aktivátor bělení a bělicí prostředek společně, aniž by bylo třeba obávat se při použití vody jako
25 aglomerační nebo granulační kapaliny ztráty bělicího účinku. Totéž platí pro granulované enzymy a/nebo granulované inhibitory pěny.

Vedle obvyklých směsí získaných rozprašovacím způsobem sušení, které se již delší dobu používají jako základní granulát, zvláště pro prací prostředky se sypanými hmotnostmi nižšími než 600 g/l, ale
30 i jako výchozí směs pro další zhutňující procesy granulace nebo extruze, a které často obsahují všechny složky hotového prostředku, které nejsou citlivé vůči hydrolýze a/nebo teplotě, patří k výhodně

používaným směsím takové, které obsahují 10 až 75 % hmotnostních organických složek jako jsou tensidy, pomocné tensidy, které mohou být také označovány jako látky zesilující práci schopnost, a zvláště organické buildery a kobuildery, zejména polymerní a/nebo
5 kopolymerní soli, například kyseliny akrylové a/nebo maleinové. S výhodou se používají tzv. vysoce koncentrované tensidové směsi s obsahy tensidů alespoň 30 % hmotnostních, s výhodou alespoň 50 % hmotnostních, vždy vztaženo na směs, která může být například granulována ve vzhledu.

10 Další výhodnou směsí je tzv. builderová směs, která obsahuje převážně anorganické složky a odpovídající anorganické buildery. Tyto směsi je možno podle potřeby volbou builderových látek nastavit do alkalické oblasti. Ve výhodném provedení vynálezu se používají builderové směsi, které obsahují maximálně 30 % hmotnostních,
15 s výhodou do 20 % hmotnostních organických složek, zvláště aniontových tensidů a/nebo neiontových tensidů. Výhodná mohou být zvláště taková provedení, která obsahují pouze 2 až 15 % hmotnostních organických složek, a to především aniontových tensidů. Jako zvláštní provedení těchto builderových směsí se uvádějí zejména
20 směsi složené z uhličitanů a křemičitanů, které mohou obsahovat popřípadě až do 30 % hmotnostních, s výhodou až do 20 % hmotnostních tensidů, zvláště aniontových tensidů, ale také aniontových tensidů a neiontových tensidů. Zvláště výhodné builderové směsi obsahují mezi 40 a 70 % hmotnostními uhličitanu
25 sodného, 20 až 50 % hmotnostních křemičitanu sodného s modulem 2,0 až 3,3 a popřípadě přibližně 2 až 18 % hmotnostních aniontového tensidu, zvláště alkylbenzensulfonátu. Další zajímavá směs obsahuje v podstatě zeolit, krystalický vrstevnatý dikřemičitan sodný a polymerní polykarboxylát nebo krystalický vrstevnatý dikřemičitan sodný a
30 kyselinu citronovou.

Ve výhodném provedení vynálezu se vzájemně kombinuje směs s vysokými podíly organických látek jako jsou tensidy a popřípadě

organické pomocné buildery a builderová směs, která může nastavit práci alkalitu hotového výrobku. Výhodně se obě tyto směsi používají v hmotnostních poměrech 5 : 1 až 1 : 3 a zvláště 3 : 1 až 1 : 1.

Parfemační látky se mohou v rámci předkládaného způsobu na
5 jedné straně používat v kapalně formě jako granulační kapalina, jak již
bylo popsáno výše. Popisovaný způsob je však také vhodný pro
přidávání parfemačních látek ve formě pevných směsí. Tyto
koncentrované směsi parfemačních látek je možno například odděleně
10 vyrábět granulací, kompaktizací, extruzí, peletizací nebo jinými
způsoby aglomerace. Jako nosné látky se osvědčily například
cyklodextriny, přičemž komplexy cyklodextrin - parfém mohou být ještě
navíc potahovány dalšími pomocnými látkami. Zvláštní výroba
tvarových tělísek s obsahem parfémů se například popisuje ve starší
německé patentové přihlášce DE-A-197 46 780.6, ve které se
15 uveřejňuje způsob, při kterém se způsobem granulace nebo tlakové
aglomerace zpracuje pevná a v podstatě bezvodá předsměs složená z

- a) 65 až 95 % hmotnostních nosiče nebo nosičů,
- b) 0 až 10 % hmotnostních pomocné látky nebo pomocných
látek, a
- 20 c) 5 až 25 % hmotnostních parfému.

Výhodné nosiče se přitom volí ze skupiny tensidů, tensidových
směsí, di- a polysacharidů, křemičitanů, zeolitů, uhličitanů, síranů a
citrátů, a přidávají se v množstvích mezi 65 a 95 % hmotnostními,
s výhodou v množství 70 až 90 % hmotnostních, vždy vztaženo na
25 hmotnost vyrobeného tvarového tělíska s obsahem vonných látek.

Celkový obsah tensidů v hotovém prostředku se může
pohybovat, jak je obvyklé, v širokých mezích, a může být například
mezi 5 a 40 % hmotnostními, vztaženo na hotový prostředek.
Aniontové tensidy se tedy s výhodou přidávají do směsi určené
30 k aglomeraci ve formě pevných látek, zatímco neiontové tensidy se

mohou přidávat jak ve formě složky pevných látek (směsí), tak i ve formě aglomeračního pomocného prostředku. Hmotnostní poměr aniontových tensidů k neiontovým tensidům v hotových prostředcích může být 10 : 1 až 1 : 10. Ve výhodných provedeních je však vyšší než 1, zvláště dokonce vyšší než 1,5 : 1, například 5 : 1 nebo 8 : 1.

Aglomerační účinek podle vynálezu je podporován zvláštním působením mísiče 13 použitého podle předkládaného vynálezu. Působením pohybu mísiče 13 se výškově pohybují především relativně menší částice a zvláště jemnozrnné podíly s průměry částic menšími než 100 μm , zatímco relativně hrubší částice jsou ve stále klesajícím počtu vtahovány do otáčivého pohybu mísiče 13, a namísto toho jsou transportovány ve směru zóny dodatečného mísení 2 a potom k výstupu z mísiče 13 ve výpadové jednotce 8 nebo dopravního zařízení 10, přičemž převalujícím se pohybem jednotlivé částice se dosahuje zhutňování jednotlivých částic. Takový způsob se také nazývá odvalovací aglomerací nebo odvalovací granulací. Při jaké velikosti částic podléhají částice převážně pouze odvalovací granulaci a nejsou již pohybem mísiče posunovány výškově, závisí v širokých mezích na nastavitelných provozních parametrech mísiče, které jsou také ve velkém rozmezí volně nastavitelné v závislosti na požadovaném průměrném a maximálním rozdělení velikosti částic. Zvláště platí, že při vyšších otáčkách nastává posun k hrubozrnnějším částicím.

Odrážecí lišta 5 zabraňuje tomu, aby částice pohybující se vzhůru a zvláště také jemnozrnné podíly „neobíhaly“ pouze v kruhu, protože tyto částice, pokud narazí na odrážecí lištu 5, jsou touto lištou setřeny nebo shozeny a padají zase kolmo dolů. Geometrie mísiče 13 dovoluje, aby nastříkovaná kapalná mlha byla nastříkována nejen na čerstvě přiváděné pevné látky, ale také na tuto clonu vytvořenou z relativně jemných částic, které jsou ve stoupajícím a opět padajícím pohybu. Odrážecí lišta 5 také zabraňuje, aby nedošlo při otáčivém pohybu mísiče 13 ke stlačování a nalepování prášku na stěnu mísiče

14. Pokud se přesto vytvoří nalepená vrstva, což nelze vždy vyloučit v závislosti na druhu přidávaných granulačních kapalin a jejich množství, působí odražecí lišta jako seškrabávač a zabraňuje stále dalšímu narůstání nalepené vrstvy.

5 Protože se - jak bylo ukázáno výše - kapalně podíly nastříkují přímo do pohybující se clony prášku a tento navlhčený prášek se míchá v prvním přiblížení pouze s menšími částicemi a jemnozrnnými podíly, které jsou zviřovány otáčivým pohybem mísiče 13, probíhá aglomerační účinek v zóně mísení 1 mezi navlhčeným práškem na
10 jedné straně a menšími částicemi a jemnozrnnými podíly na straně druhé, zatímco nadměrná aglomerace způsobená přivedením navlhčeného prášku nebo zbytkových množství kapalných podílů do styku s již dále aglomerovanými a tím hrubozrnnějšími částicemi - v prvním přiblížení - může být téměř vyloučena. Zde se také
15 aglomerují jemnější částice na větší částice, které již nejsou potom zase v závislosti na své velikosti vířeny otáčivým pohybem mísiče 13. Také tímto způsobem dochází ke zmenšování množství jemnozrnných podílů při současném zmenšování množství hrubozrnných podílů, protože je možno ve velké míře zabránit nadměrné aglomeraci větších
20 částic. Zde se ukazuje velká výhoda proti mísičům s dopravními zařízeními, například pluhů v tzv. pluhových mísičích. Tato zařízení zasahují do míchaného a aglomerovaného materiálu a proto posunují také větší částice, „hotový produkt“ směrem vzhůru, čímž jednak stoupá nebezpečí vytváření nadměrní velikosti zrna, jednak ale také
25 představují větší částice z hlediska aglomerace konkurenci menším částicím a především jemnozrnným podílům, čímž také nemůže dostatečně účinně probíhat snižování množství jemnozrnného podílu.

 I v mísiči 13 používaném podle předkládaného vynálezu mohou být v podstatě vynášeny směrem vzhůru a aglomerovány hrubší
30 částice, přičemž k tomuto jevu dochází tím více, čím menší je úhel sklonu α , čím větší je doba prodlení míseného materiálu v mísiči 13 a - jak již bylo uvedeno výše - čím vyšší je rychlost otáčení mísiče. Při

možnosti nastavení úhlu sklonu α od 0 do přibližně 30° a při přibližně 70 ot/min se z výše uvedených důvodů nastavuje ve výhodném provedení vynálezu úhel sklonu mísiče 13 od 10 do 20°, zvláště od 12 do 15° při současném pohybu mísiče 13 prostřednictvím pohonu 3
5 rychlostí od 20 do 70 ot/min a zvláště od 30 do 60 ot/min.

Prostředky vyrobené způsobem podle předkládaného vynálezu mají obvykle sypné hmotnosti mezi přibližně 350 a 750 g/l, s výhodou mezi 400 a 720 g/l, zvláště více než 450 g/l, s výhodou ale nepřevyšující 700 g/l.

10 Ve výhodném provedení vynálezu je sypná hmotnost nižší než 700 g/l, zvláště nižší než 650 g/l, i když by bylo možno podle výše popsané normální metody výpočtu očekávat sypnou hmotnost výrazně převyšující 800 g/l.

Tyto prostředky mohou být výborně používány jako prací
15 prostředky, ale také jako směsi pro vyráběný prací prostředek. V dalším provedení jsou proto předmětem vynálezu prací prostředky, které se skládají z až do přibližně 50 až 100 % hmotnostních ze směsi vyrobené podle vynálezu. Prací prostředky nebo směsi vyrobené podle předkládaného vynálezu tak mají nejen relativně variabilní sypnou
20 hmotnost, ale mohou být považovány v nejvyšší míře za stabilní při skladování jak z hlediska sypkosti, tak i z hlediska sníženého až nepřítomného sklonu k rozměšování. To se týká také stability bílicích složek a enzymů, protože při skladování nedochází k nekontrolovanému příjmu vody z důvodů odpovídajícího výhodného
25 řízení přidávání vody v průběhu výroby. Rozdělení velikosti částic hotových výrobků mohou být nastavena například tak, že jsou přibližně porovnatelné s produktem vyrobeným v podstatě rozprašovacím sušením, ke kterému byly dodatečně přimíseny složky citlivé na hydrolýzu a působení teploty. Z hlediska známých způsobů granulace
30 mají prostředky vyrobené podle předkládaného vynálezu nižší podíl jemného a hrubého zrna, takže se v konečném efektu dosahuje

vyššího výrobního výtěžku. Přesto mohou být ještě přítomné jemnozrnné a hrubozrnné podíly podle potřeby odděleny proséváním jako u dosud používaných způsobů. Jemnozrnné podíly mohou být přiváděny přímo zpět do aglomeračního kroku, zatímco hrubozrnné podíly musí být v důsledku chybějících pracovních nástrojů v mísiči 13 nejdříve odděleně rozdrceny, než mohou být recyklovány.

Jak se překvapivě ukázalo, mají výrobky vyrobené podle předkládaného vynálezu ve srovnání s produkty stejného složení, které však byly vyrobeny dosud známými způsoby granulace, také výhody z hlediska jejich použití. Tyto výhody se týkají zvláště chování při vyplachování v automatických pračkách a/nebo z hlediska zbytků na tmavých textiliích.

Jak je uvedeno výše, obsahují některé prostředky, zvláště prostředky s nízkými sypnými hmotnostmi, které se ještě převážně vyrábějí rozprašovacím sušením, a/nebo speciální prací prostředky, které se používají za normálních okolností pouze pro zcela určitá použití, jako je například praní jemného prádla, vlny nebo záclon, ještě i dnes relativně vysoká množství tzv. upravovacích prostředků nebo plnidel. Nejznámějším plnidlem je síran sodný. Vyjmutí síranu sodného z kaše určené pro rozprašovací sušení by znamenalo zvýšení organických podílů v kaši a tím vyšší nejistotu správného průběhu tohoto zpracování. Nahrazení sulfátu jinou anorganickou solí jako je například uhličitan sodný by sice zajistilo tuto jistotu správného průběhu zpracování, ale způsobilo by vytvoření produktů s vysokou alkalitou, které nejsou často vhodné pro požadované účely použití. Vyjmutí sulfátů z rozprašovacího sušení a následný přídavek těžkých sulfátů k produktu rozprašovacího sušení by stejně jako dosavadní granulace těchto prostředků se sulfátem a bez sulfátu vedlo k podstatně vyšším a pro účely použití příliš vysokým sypným hmotnostem a alespoň v případě rozprašovacího sušení a dodatečného přimíchávání sulfátu by vedlo k výrobkům, které v

důsledku rozdílných sypných hmotností jednotlivých pevných látek a rozdělení velikosti částic mají sklon k rozměšování.

Za pomoci způsobu podle předkládaného vynálezu však mohou být takové produkty vyráběny v požadovaném rozmezí sypných hmotností buď bez sulfátu nebo se sulfátem. Zvláště výroba těchto tzv. normálních nebo speciálních pracích prostředků, které mají sypnou hmotnost maximálně 500 g/l, neobsahují žádný sulfát nebo sulfát obsahují pouze v množstvích do maximálně 10 % hmotnostních, představuje novinku zvláště v oblasti uvedených speciálních pracích prostředků: jsou vyráběny koncentráty, které se chovají jako produkty vyrobené obvyklým způsobem a ještě mají nízkou sypnou hmotnost „zředěných“ receptur.

Příklady provedení vynálezu

Příklad 1

Tento příklad se týká zpracování podle vynálezu směsí 1 a 2 za přídavku dalších surovin na prostředek podle vynálezu M1 v mísiči podle obr. 1 (seznam vztahových značek viz níže). Úhel sklonu α byl 13° a počet otáček mezi 40 a 60 min^{-1} . Srovnávací příklad V1 obsahoval stejné směsi a suroviny jako M1, byl však vyroben v dvojkuželovém mísiči dostupném v obchodě firmy Teltschik. Analogické výsledky byly dosaženy pro srovnávací příklad V1 v případě, kdy byl namísto dvojkuželového mísiče použit pluhový mísič firmy Lödige. Ve srovnávacím příkladu V2, který měl stejné složení jako M1 nebo V1, byl vyroben namísto směsí 1 a 2 prášek získaný rozprašovacím sušením a s výjimkou sulfátů a dalších organických materiálů byl připraven se stejnými surovinami.

Směs 1 obsahovala 30 % hmotnostních tensidových podílů, zvláště 28 % hmotnostních alkylbenzensulfonátu a/nebo alkylsulfátu a 3 % hmotnostní neiontových tensidů, jako je C_{12} - C_{18} mastný alkohol

s přibližně 5 EO. Složení tensidů je možno měnit v širokých mezích, aniž by to mělo vliv na výsledek. Směsi obsahující 25 % hmotnostních alkylbenzensulfonátu, 2 % hmotnostní alkylsulfátu a 3 % hmotnostní neiontového tensidu s rozdílnými stupni ethoxylace tak dosáhly
5 v hotovém výrobku stejných výsledků. Stejně tak bylo možné přidat 25 % hmotnostních alkylsulfátu a 5 % hmotnostních alkylbenzensulfonátu a žádné neiontové tensidy. Také zvýšení množství tensidového podílu na více než 40 % hmotnostních nepřineslo žádné změny dále uváděných výsledků.

10 Sloučenina 1 navíc obsahovala 50 % hmotnostních anorganického builderu, například zeolitu A, zeolitu X, zeolitu P, krystalických vrstevnatých dikřemičitanů nebo libovolné směsi těchto látek a 12 % hmotnostních organických pomocných builderů jako je
15 kyselina citronová, citrát, jiné polykarboxylové kyseliny nebo polykarboxyláty a/nebo (ko)polymerní soli kyseliny akrylové a/nebo kyseliny methakrylové a/nebo kyseliny maleinové s relativními molekulovými hmotnostmi mezi 3000 a 100 000. Přesné složení zde rovněž neovlivňuje konečný výsledek.

Obsah vody ve směsi 1 byl 7 % hmotnostních. Zbytek byl tvořen
20 solemi a surovinami.

Směs 2 obsahovala 50 % hmotnostních uhličitanu sodného, 30 % hmotnostních amorfního dikřemičitanu sodného, 8 % hmotnostních alkylbenzensulfonátu a 12 % hmotnostních vody.

Dokonce i způsob výroby směsí (granulace v mísiči nebo
25 extruze, nebo granulace ve fluidní vrstvě) nebyla pro uváděné výsledky hotových výrobků rozhodující. Pro výrobu prostředku M1 podle vynálezu a srovnávacího příkladu V1 bylo použito 30 hmotnostních dílů směsi 1, 10 hmotnostních dílů směsi 2 a 3 hmotnostní díly pomocného aglomeračního prostředku, zvláště
30 3 hmotnostní díly C_{12} - C_{18} mastného alkoholu s přibližně 7 EO, 18 hmotnostních dílů peroxidového bělicího prostředku (monohydrát

perboritanu nebo peruhličitan), 2,65 hmotnostního dílu tetraacetyl-
-ethylendiaminu, 0,5 hmotnostního dílu granulátu proteázy, 1,8
hmotnostního dílu granulátu inhibitoru pění, 0,38 hmotnostního dílu
parfému a 33,67 hmotnostního dílu síranu sodného, zatímco pro
5 výrobu srovnávacího příkladu V2 bylo použito 75 hmotnostních dílu
granulátu získaného rozprašovacím sušením, 18 hmotnostních dílu
peroxidového bělicího prostředku (monohydrát perboritanu nebo
peruhličitan), 2,65 hmotnostního dílu tetraacetyethylendiaminu, 0,5
hmotnostního dílu granulátu proteázy, 1,8 hmotnostního dílu
10 granulátoru inhibitoru pění, 0,38 hmotnostního dílu parfému a pouze
1,67 hmotnostního dílu síranu sodného.

Teoretická sypná hmotnost směsi M1 byla podle normální
metody výpočtu 872 g/l.

V tabulce 1 jsou uvedeny užité vlastnosti produktů M1, V1 a
15 V2. Ukazuje se, že prostředek M1 má přes vyšší sypnou hmotnost ve
srovnání s prostředkem V2 výhody z hlediska rozpustnosti. Kromě
toho se ukazuje, že velmi výrazné výhody z hlediska užitéch
vlastností představuje významné snížení sypné hmotnosti prostředku
M1 oproti hodnotě získané normální metodou výpočtu (pouze 71 %
20 teoretické sypné hmotnosti) a sypné hmotnosti V1 (86 % teoretické
sypné hmotnosti). Vlastnosti prostředku V1 byly navíc zhoršovány tím,
že zbytek ve vyplachovací komoře ztvrdl. Sklon k rozměšování
jednotlivých složek byl zkoumán třikrát: 1. vizuálně (jestliže vystoupí
více viditelných vrstev, rozeznatelných buď podle různé velikosti částic
25 a/nebo při částečně zbarvených produktech koncentrací určité barvy
v jedné vrstvě), 2. analyticky (byly odebírány vzorky z různých vrstev
a potom bylo analyzováno jejich složení), a 3. z hlediska užitéch
vlastností (byly odebrány z více vrstev vzorky jako v odstavci 2., které
byly testovány na chování při vyplachování a z hlediska zbytků).

Tabulka 1: Údaje prostředků M1, V1 a V2

Vlastnosti	M1	V1	V2
Sypná hmotnost v g/l	620 g/l	750 g/l	550 g/l
Test vyplachování: zbytek v g	méně než 5	více než 5	méně než 5
Sítová analýza (v % hmotn.)			
na sítu 1,6 mm	3	5	1
0,8 mm	10	16	14
0,4 mm	36	24	39
0,2 mm	44	33	40
0,1 mm	7	11	6
propad 0,1 mm	0	11	0
Známky z hodnocení zbytků na tmavě zbarvených textiliích	méně než 3	5	mezi 3 a 5
Stabilita při skladování	sypký, nerozměšuje se	sypký, rozměšování	sypký, nerozměšuje se

Test vyplachování

- Pro zjištění chování při vyplachování u jednotlivých prostředků
- 5 byly prostředky testovány v bubnové pračce pro domácnost s vyplachovací zásuvkou při tlaku vody 0,5 bar (50 kPa). Jako testovací pračky byly použity typy Miele W918 a Quelle Privileg 1100. V každé pračce bylo provedeno pět stanovení. Z deseti výsledků
- 10 potom byla vypočtena dále uváděná střední hodnota. Pro test bylo do vyplachovací komůrky vloženo na jedno praní 100 g prostředku. Vodovodní voda, kterou byl prostředek v pračce obsahující 3,5 kg suchého prádla vyplachován, měla tvrdost vody 16 °d (2,848 mmol/l Ca^{2+} . Po ukončení vyplachování byly zbytky pracího prostředku
- 15 vyjmuty pomocí gumové stěrky z vyplachovací zásuvky, vloženy na hodinové sklo a zváženy. Z těchto vlhkých zbytků bylo odečteno 30 % vlhkosti. Hodnoty „suchých zbytků“ ze zásuvky a komory byly sečteny

a ze součtu byla vypočtena střední hodnota, která je uvedena v tabulce 1.

Určení zbytků na tmavě zbarvených textiliích

- 5 Do vanové pračky (TYP Arcelik nebo srovnatelný typ) bylo nejdříve vloženo 30 l vody, bylo přidáno 150 g prostředku a prostředek byl rozpuštěn mícháním. Potom bylo vloženo prádlo sestávající z různých tmavě zbarvených součástí jemného prádla z vlny, bavlny, polyamidu a polyakrylonitrilu a pračka byla zahřáta na teplotu 30 °C.
- 10 Po dosažení této teploty bylo prádlo práno 10 minut působením pohyblivého nástroje a potom byla prací lázeň vypuštěna, prádlo bylo třikrát mácháno 30 litry vody a 15 sekund odstředováno. Prádlo bylo sušeno infračerveným zářičem a hodnoceno pěti zaškolenými osobami podle následujícího schématu (určení střední hodnoty):
- 15 Znamka 1: Bez námitek, žádné rozeznatelné zbytky.
Znamka 2: Tolerovatelné, jednotlivé, ještě nerušící zbytky.
Znamka 3: Rozeznatelné, při kritickém hodnocení již rušící zbytky.
Od známky 4: Zřetelně rozeznatelné a rušivé zbytky ve stoupajícím
20 počtu a množství.

Příklad 2

- Příklad 1 byl opakován, ale jako aglomerační kapaliny byly použity navíc k 2,5 hmotnostního dílu neiontového tensidu také 2
25 hmotnostní díly vodného roztoku barviva. Byl získán homogenně zbarvený produkt M2, který přes zvýšený obsah granulační kapaliny a v tomto případě zvláště vody neměl sklon ke slepování.

Příklad 3

- 30 Příklad 1 byl opakován, ale v tomto případě byla navíc ke 3 hmotnostním dílům neiontového tensidu jako další granulační

- kapalina přidána vždy voda ve výše uvedených množstvích: při
přídavcích mezi 1 (M3) a 4,5 hmotnostního dílu byly získány sypné
hmotnosti mezi 620 a 640 g/l. Chování při vyplachování však bylo
téměř ve všech případech zhoršeno. Dodatečným ošetřením povrchu
- 5 pevnými materiály (dodatečné dávkování probíhalo prostřednictvím
přívodu pevných látek 11 a dopravního zařízení 10 došlo u prostředků
M4 a M5 nejen ke zlepšení vyplachování, ale překvapivě se také
zřetelně zlepšily známky z hodnocení zbytků (tabulka 2).

10 Tabulka 2

Produkt	M3	M4	M5
Složení v hmotnostních dílech	100 M1 1 voda	100 M1 2 voda 2 směs 2	100 M1 4,5 voda 2 směs 2
Sypná hmotnost	634 g/l	633 g/l	640 g/l
Teoretická sypná hmotnost	873 g/l	865 g/l	869 g/l
Test vyplachování: zbytek v g (měřeno 2 x)	6,3/9,9	6,0/7,0	5,5/4,6
Sítová analýza (v % hmotn.) na sítu 1,6 mm	1	1	2
0,8 mm	3	7	12
0,4 mm	25	33	37
0,2 mm	56	56	47
0,1 mm	15	3	2
propad 0,1 mm	0	0	0
Známky hodnocení zbytků na tmavě zbarvených textiliích	1,5	1,5	1,5
Stabilita při skladování	sypký, žádné rozměšování	sypký, žádné rozměšování	sypký, žádné rozměšování

Zastupuje:

PATENTOVÉ NÁROKY

1. Způsob výroby granulátu s pracími nebo čistícími účinky
mícháním a aglomerací a popřípadě dodatečným zpracováním,
5 v y z n a č u j í c í s e t í m , ž e se pevná látka nebo
více pevných látek a granulační kapalina nebo více
granulačních kapalin aglomerují v otočné nádobě (13) bez
mísicích nástrojů, která je rozdělena na zónu mísení (1) a zónu
dodatečného mísení (2) a obsahuje odrazecí lištu (5), která je
10 upevněna na čelní desce (4) a odtud prochází celou zónou
mísení (1) a popřípadě zasahuje do zóny dodatečného mísení
(2), a popřípadě se dodatečně zpracuje, přičemž se nastaví
hodnota sypné hmotnosti, která tvoří maximálně 85 %
teoretické sypné hmotnosti určené normální metodou výpočtu.
15
2. Způsob podle nároku 1, v y z n a č u j í c í s e t í m ,
ž e sypná hmotnost je maximálně 80 %, zvláště maximálně
75 % teoretické sypné hmotnosti určené normální metodou
výpočtu.
20
3. Způsob podle nároku 1 nebo 2, v y z n a č u j í c í s e
t í m , ž e sypná hmotnost konečného produktu způsobu je
mezi 400 a 720 g/l, zvláště více než 450 g/l, s výhodou ale ne
více než 700 g/l.
25
4. Způsob podle nároku 1 nebo 2, v y z n a č u j í c í s e
t í m , ž e sypná hmotnost konečného produktu způsobu je
nižší než 650 g/l.

5. Způsob podle některého z nároků 1 až 4, v y z n a č u j í c í
s e t í m , ž e se při použití granulační kapaliny použije
nevodná granulační kapalina, zvláště neiontové tensidy,
parfemační látky, parafiny nebo silikonové oleje, mastné
5 kyseliny, tavitelné polyestery nebo složky uvolňující nečistoty,
které jsou při provozní teplotě ve formě kapaliny nebo taveniny.
6. Způsob podle některého z nároků 1 až 4, v y z n a č u j í c í
s e t í m , ž e se do způsobu přivádějí dvě různé granulační
10 kapaliny, z nichž alespoň jedna je nevodná granulační kapalina
a zvláště alespoň jedna je voda, vodný roztok nebo vodná
disperze.
7. Způsob podle některého z nároků 1 až 6, v y z n a č u j í c í
15 s e t í m , ž e se do způsobu přivádí 0,5 až 15 %
hmotnostních, s výhodou 1 až 10 % hmotnostních a zvláště 1 až
7 % hmotnostních granulační kapaliny nebo granulačních
kapalin.
- 20 8. Způsob podle některého z nároků 1 až 7, v y z n a č u j í c í
s e t í m , ž e se prostředky barví, přičemž se používají
vodné roztoky barviv nebo kombinace těchto roztoků barviv
a nevodné granulační kapaliny, zvláště neiontového tensidu.
- 25 9. Způsob podle některého z nároků 1 až 8, v y z n a č u j í c í
s e t í m , ž e jako pevné látky se používají suroviny a/nebo
směsi, přičemž s výhodou se používají 1 až 3 různé směsi.

10. Způsob podle některého z nároků 1 až 9, v y z n a č u j í c í se t í m , ž e přidávání pevných složek přítomných v malém množství, zvláště takových, jejichž množství je pouze maximálně 2 % hmotnostní, se provádí jako přidávání poslední 5 pevné látky nebo posledních pevných látek přímo před přivedení pevných látek do mísiče.
11. Způsob podle některého z nároků 1 až 10, v y z n a č u j í c í se t í m , ž e v návaznosti na způsob aglomerace nebo 10 popřípadě prováděné zpracování se neprovádí žádné sušení.
12. Způsob podle některého z nároků 1 až 11, v y z n a č u j í c í se t í m , ž e obsah vody v použitých pevných látkách, popřípadě směsi pevných látek, je nižší než schopnost 15 veškerých pevných látek, popřípadě směsi pevných látek, vázat vodu.
13. Způsob podle některého z nároků 1 až 12, v y z n a č u j í c í se t í m , ž e vodná granulační kapalina se používá pouze 20 v takových množstvích, která nepřekročí schopnost aglomerátů vázat vodu.
14. Způsob podle některého z nároků 1 až 13, v y z n a č u j í c í se t í m , ž e poměr délky zóny mísení (1) k délce zóny 25 dodatečného mísení (2) je alespoň 1 : 1.
15. Způsob podle některého z nároků 1 až 14, v y z n a č u j í c í se t í m , ž e odrážecí lišta (5) nezasahuje do více než poloviny délky zóny dodatečného mísení (2).

16. Způsob podle některého z nároků 1 až 15, v y z n a č u j í c í
s e t í m , ž e horní hrana odrážecí lišty (5) je upravena
v takové vzdálenosti od stěny mísiče (14), která tvoří s výhodou
5 maximálně 10 % průměru bubnu v nejužším místě bubnu (13),
s výhodou maximálně 5 % průměru bubnu v nejužším místě
bubnu (13).

17. Způsob podle některého z nároků 1 až 16, v y z n a č u j í c í
10 s e t í m , ž e se nastaví úhel sklonu α mísiče (13) od 10 do
20°, zvláště od 12 do 15° při současném pohybu mísiče (13)
prostřednictvím pohonu (3) rychlostí 20 až 70 ot/min a zvláště
30 až 60 ot/min.

18. Způsob podle některého z nároků 1 až 17, v y z n a č u j í c í
15 s e t í m , ž e se produkt prostřednictvím dopravního
zařízení (10) zpracuje s tzv. povrchovými modifikátory.

19. Prací prostředek, v y z n a č u j í c í s e t í m ,
20 ž e obsahuje 50 až 100 % hmotnostních směsí vyrobené podle
některého z nároků 1 až 18.

20. Prostředek podle nároku 19, v y z n a č u j í c í s e t í m ,
25 ž e směs vyrobená podle některého z nároků 1 až 18 má
sypnou hmotnost maximálně 500 g/l, ale neobsahuje žádný
síran nebo obsahuje síran pouze v množství do maximálně 10 %
hmotnostních.

21. Použití pracího prostředku podle některého z nároků 19 nebo 20, zvláště prostředku obsahujícího 100 % směsi vyrobené podle některého z nároků 1 až 17 jako speciálního pracího prostředku, zvláště pracího prostředku pro jemné prádlo, vlnu nebo záclony.
- 5

Zastupuje:

1/1

FIG.1

