

DEUTSCHE DEMOKRATISCHE REPUBLIK



(12) Wirtschaftspatent

Teilweise bestätigt gemäß § 18 Absatz 1  
Patentgesetz

PATENTCHRIFT

(19) **DD** (11) **140 140 B 1**

4(51) C 01 B 15/10

**AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN**

---

(21)	WP C 01 B / 209 349 7	(22)	28.11.78	(45)	23.04.86
				(44)	13.02.80

---

(71) VEB Eilenburger Chemie-Werk, 7280 Eilenburg, Ziegelstraße 2, DD  
(72) Windisch, Rainer, Dipl.-Chem.; Thiele, Wolfgang, Dr. rer. nat. Dipl.-Chem.; Henze, Eberhard,  
DD

---

(54) Verfahren zur Herstellung eines stabilen Natriumkarbonat-Perhydrats

---

ISSN 0433-6461

5<sup>7</sup> Seiten

**Erfindungsanspruch:**

1. Verfahren zur Herstellung eines stabilen Natriumkarbonat-Perhydrats als bleichende Komponente in Wasch- und Bleichmittelmischungen durch Aufsprühen stabilisierter, Magnesiumsilikat in kolloidaler Verteilung enthaltender Wasserstoffperoxidlösungen auf ein in Bewegung befindliches Natriumkarbonat und Trocknung der gebildeten Mischung unter schonenden Bedingungen in der Endphase, wobei das Trocknungsmedium, vorzugsweise Warmluft, mit Temperaturen von 50°C bis 80°C angewandt wird, **dadurch gekennzeichnet**, daß nur bis zu einem Restwassergehalt von 2,5 bis 5 Ma.-%, vorzugsweise bis zu 4 Ma.-%, getrocknet wird, die bereits während der Trocknung in homogener Verteilung im Trockengut vorliegende Magnesiumsilikatmenge auf 1 bis 2 g/kg, bezogen auf das Endprodukt, begrenzt wird und weitere, zur Bildung von Magnesiumsilikaten befähigte Substanzen dem Produkt in der Weise zugeführt werden, daß ein überschüssiges gelöstes Silikat, z. B. Natriumsilikat in einer Menge bis zu 5 g/kg (berechnet als SiO<sub>2</sub>) bereits mit dem Wasserstoffperoxid zugegeben wird, während ein Magnesiumsalz, vorzugsweise granuliertes bzw. kristallines wasserfreies Magnesiumsulfat dem fertigen Produkt in einer Menge von 10 bis 50 g/kg zugesetzt wird.
2. Verfahren nach Punkt 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß der erfindungsgemäße Wassergehalt des Produktes in einem ein- oder mehrstufigen Trocknungsprozeß herbeigeführt wird, wobei erst in der letzten Stufe ein Produkt mit einem Wassergehalt unter 5 Ma.-% vorliegt und dieses Produkt mit einem Trocknungsmedium behandelt wird, dessen Temperatur 50°C bis 80°C beträgt.
3. Verfahren nach Punkt 1 und 2, **dadurch gekennzeichnet**, daß in einer oder weiteren der letzten Stufe vorgeschalteten Trocknungsstufen die Temperatur des Trocknungsmediums 50°C bis 120°C, vorzugsweise 80°C bis 120°C beträgt.
4. Verfahren nach Punkt 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Trocknung in herkömmlichen Trocknern, beispielsweise Drehrohr- und Wirbelbettapparaten, in kontinuierlicher oder diskontinuierlicher Weise erfolgt und daß im Fall einer zweistufigen Trocknung entweder getrennte Apparaturen angewandt werden oder beide Stufen gleichzeitig, beispielsweise bei kontinuierlichem Betrieb, oder nacheinander, beispielsweise bei diskontinuierlichem Betrieb, in ein und derselben Apparatur ablaufen.

**Anwendungsgebiet der Erfindung**

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung eines stabilen Natriumkarbonat-Perhydrats, welches sich als bleichende Komponente in festen Wasch- und Bleichmittelmischungen eignet und sich sowohl durch eine gute Lagerstabilität in der festen Mischung als auch durch eine hohe Stabilität in der wäßrigen Bleich- und Waschflotte auszeichnet. Hierdurch ist es besonders geeignet zur Substitution von Natriumperborat in festen Wasch- und Bleichmittelmischungen, ohne daß es in der wäßrigen Lösung zu einem schnelleren Zerfall und damit zu erhöhter Faserschädigung kommt.

**Charakteristik der bekannten technischen Lösungen**

Gegenüber dem vorwiegend in festen Wasch- und Bleichmittelmischungen als Aktivsauerstoffträger zum Einsatz kommenden Natriumperborat, einer echten Peroxoverbindung, ergeben sich bei der Substitution durch Natriumkarbonat-Perhydrat Nachteile durch die geringere Lagerbeständigkeit in den festen Mischungen und auch durch den stärkeren Wasserstoffperoxidzerfall in wäßrigen Lösungen. Letzteres beruht auf der höheren Alkalität des nach Abspaltung des Wasserstoffperoxids in der wäßrigen Lösung vorliegenden Natriumkarbonats im Vergleich zum Natriummetaborat. Unter Bleichbedingungen führt aber ein schnellerer Wasserstoffperoxidzerfall bekanntlich zu einer größeren Faserschädigung. Dem wird sowohl durch eine optimale Stabilisierung der Wasch- und Bleichmittelformulierungen, als auch durch spezielle Stabilisierung des Natriumkarbonat-Perhydrats entgegengewirkt.

Bei der Herstellung von Natriumkarbonat-Perhydrat nach dem „trockenen Verfahren“ durch Aufsprühen von Wasserstoffperoxidlösung mit 35 bis 90 Ma.-% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (z. B. DE-OS 2 133 566, DE-OS 2 344 017, DD-PS 114 051) auf teilchenförmiges Natriumkarbonat erfolgt die Stabilisierung vorzugsweise durch Magnesiumsilikat, Natriumsilikate und Kieselsäure allein oder als Mehrkomponentenstabilisator in Verbindung mit anderen stabilisierend wirkenden Substanzen, wie organische Komplexbildner, z. B. Äthylendiamintetraessigsäure, Diäthylentriaminpentaessigsäure (z. B. DE-AS 1 060 849, DE-OS 2 641 220) oder Phosphate, z. B. Natriumtripolyphosphat, Natriumhexametaphosphat, Phosphoniumverbindungen (z. B. FR-PS 1 113 332, FR-PS 999 775), um nur einige der großen Palette der dazu vorgeschlagenen Verbindung zu nennen.

Beim „trockenen Verfahren“ besteht das Problem der Stabilisierung aber nicht allein in der Auswahl des geeigneten Stabilisatorsystems, es muß auch möglichst homogen und feindispers in das Endprodukt eingearbeitet werden, um seine größere Wirksamkeit zu entfalten. Dies bereitet besonders bei den in Wasser und Wasserstoffperoxid unlöslichen Stabilisatoren Magnesiumsilikat und Kieselsäure größere Schwierigkeiten. Es ist allgemein bekannt, daß das Natriumkarbonat-Perhydrat dann einen geringen Verlust an Aktivsauerstoff bei Lagerung als Reinsubstanz oder als Bestandteil der Waschmittelmischung aufweist, wenn es möglichst wenig zersetzend wirkende Verunreinigungen enthält, die Stabilisatoren homogen, feindispers und in genügender Menge eingearbeitet sind und der Gehalt an Feuchtigkeit und der nachträglich Zutritt von Wasser minimal gehalten werden. Dabei wird Magnesiumsilikat als wichtigster Stabilisator anerkannt, oft aber mit den obengenannten stabilisierend wirkenden Verbindungen kombiniert. Nach neueren Verfahren ist es möglich, die homogene und feindisperse Einarbeitung größerer Mengen an Magnesiumsilikat oder Kieselsäure sowohl durch stabile Einarbeitung des Magnesiumsilikats bzw. der Kieselsäure in kolloidaler Form in das verwendete Wasserstoffperoxid (DD-PS 138 191) als auch durch Aufbringen von echt oder kolloidal gelösten Silikaten, z. B. Kieselsäure-Hydroisol, auf ein mit Mg<sup>2+</sup>-Ionen stabilisiertes Natriumkarbonat-Perhydrat, allerdings in weniger homogener Weise (US-PS 3 951 838) sowie nach einer Reihe weniger wirkungsvoller Techniken zu erreichen. In bekannter Weise werden aber auch handelsübliche Magnesiumsilikate, z. B. in Form von Pasten oder Pulvern, während oder nach der Herstellung eingearbeitet. Zur Erreichung einer guten Stabilität ist nach DE-OS 2 344 017 eine Trocknung auf ≤ 2 Ma.-% Wassergehalt erforderlich. In der Regel wurden jedoch niedrigere Wassergehalte bis unter 1 Ma.-% mit speziellen Trocknungstechniken sogar auf 0,001 bis 0,2 Ma.-% angestrebt (z. B. DE-OS 2 631 918). Damit wird der Bedeutung des Wassergehaltes für die Zersetzungsneigung des Aktivsauerstoffs Rechnung getragen. Dem entsprechen auch Bestrebungen, den Feuchtegehalt von Mischungen aus Natriumkarbonat-Perhydrat und den übrigen Detergensbestandteilen zu senken und durch geeignete wasserundurchlässige Verpackungen zu bewahren.

Die Trocknung des Natriumkarbonat-Perhydrats wird dabei in der Regel in üblichen Trocknungsapparaten, beispielsweise im Wirbelbett, in Trommeltrocknern oder in Vakuumtrocknern, unter schonenden Bedingungen vorgenommen, wobei bei

Verwendung eines Trocknungsmediums dieses auf Temperaturen von 40°C bis 100°C, meist aber 50°C bis 80°C, vorgewärmt wird. Schärfere Bedingungen trifft man in z. B. Sprühtrocknern an, wobei das Produkt nur kurze Zeit mit dem hochoverhitzten Trocknungsmedium Kontakt hat. Das Ziel aller Verfahren ist eine möglichst weitgehende Trocknung bei geringsten Aktivsauerstoffverlusten. Trotz guter Stabilisierung und Trocknung besteht indessen keine Gewähr, daß man ein lagerstabiles Produkt erhält. Es zeigt sich, daß Produkte mit gleichem Magnesiumsilikat — sowie Aktivsauerstoff — und Wassergehalt ohne erkenntlichen Grund bereits bei Lagerung der Reinsubstanzen stark differenzierende Zersetzungsraten des Aktivsauerstoffs aufweisen können. Um mit einer Sicherheit, wie sie für wirtschaftliche Verfahren gefordert wird, ein lagerstabiles Produkt zu erhalten, ist es also erforderlich, das Problem der Stabilität nicht auf den Stabilisator allein zu begrenzen, sondern auf alle möglichen Einflüsse stofflicher und technologischer Natur zurückzuführen.

#### Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist es, die Stabilität des Natriumkarbonat-Perhydrats, daß in obengenannter Weise mit einer ausreichend großen Menge homogen und feindispers eingearbeiteten Magnesiumsilikats und einem weiteren Stabilisator, z. B. EDTA, gegen Aktivsauerstoffverlust bei Lagerung der festen Mischung stabilisiert ist, durch Anwendung geeigneter Verfahrensparameter bei der Herstellung, Stabilisierung und Trocknung reproduzierbar zu erhalten und die stabilisierende Wirkung obengenannter Zusätze minimal nutzbar zu machen.

#### Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, durch Wahl geeigneter Verfahrensparameter bei der Herstellung, Stabilisierung und Trocknung des Natriumkarbonat-Perhydrats eine gleichbleibende Stabilität des festen Natriumkarbonat-Perhydrats zu erreichen und damit den bisherigen Mangel, der darin besteht, daß trotz gleichbleibend guter Stabilisierung und bei Verwendung derselben Rohstoffe und Erhalt eines offensichtlich gleichartigen Produktes schwankende Stabilitätswerte beobachtet werden, abzuhefen.

Erfindungsgemäß wird das dadurch erreicht, daß die Trocknungsbedingungen, unabhängig davon, ob die Trocknung eine separate Verfahrensstufe darstellt oder mit der Anlagerung des Wasserstoffperoxids gekoppelt wird, so gewählt werden, daß eine Überhitzung des Trockengutes in jeder Phase des Vorganges vermieden wird und daß die Trocknung in ihrer Endphase unter zunehmend schonenden Bedingungen verläuft und bei Erreichung eines Restwassergehaltes von wenigen Prozent beendet wird, wobei als weitere Maßnahme der Gehalt an Magnesiumsilikat auf die zur Stabilisierung in fester Phase unerläßliche Menge begrenzt werden kann. So wurden z. B. Produkte hergestellt, die einen Magnesiumsilikatgehalt von ca. 8g/kg besaßen. Das Magnesiumsilikat wurde während der Herstellung im Wasserstoffperoxid kolloidal gelöst zugeführt und lag im Produkt in kolloidaler Verteilung vor. Außerdem wurde mit dem Wasserstoffperoxid EDTA in einer Menge zugegeben, die einen Gehalt von ca. 0,1 g/kg im Produkt ergab. Diese Produkte wurden bereits während der Zugabe des Wasserstoffperoxids, in anderen Fällen erst danach, mit einem Warmluftstrom getrocknet. Die Trocknung wurde in einer Drehtrommel vorgenommen. Das Trocknungsmedium wurde auf 80°C vorgewärmt. Die Trocknung wurde in mehreren Fällen bis zu einem Restwassergehalt des Produktes von 0,2 Ma.-% bis 1,0 Ma.-% betrieben, in anderen Fällen erhielt man nach vorzeitigem Abbruch die erfindungsgemäßen Produkte mit einem Wassergehalt von 2,5 Ma.-% bis 4 Ma.-%. Letztgenannte Produkte verloren während einer 6monatigen Lagerung in Glasflaschen bei 20°C nur 2 bis 3%, in Faltschachteln bei 20°C und 60 bis 70% relativer Luftfeuchtigkeit nur 4 bis 7% ihres ursprünglichen Aktivsauerstoffs, während die entsprechenden Werte der scharfer entwässerten Produkte stark schwankten und 5 bis 8% bzw. 10 bis 15%, in Ausnahmefällen sogar 15 bis 25%, betrugten. Dieser Unterschied trat unabhängig von den oben genannten Verfahrensweisen mit gleichzeitiger oder nach der Herstellung angeordneter Trocknungsstufe auf.

Analog wurden Produkte hergestellt, die als Stabilisatoren nur  $Mg^{2+}$  oder  $Na_2SiO_3$  enthielten. Der EDTA-Gehalt wurde beibehalten. Die entsprechenden Stabilitätswerte lagen dabei nur zwischen 3 bis 6% bzw. 6 bis 12% Verlust in der Glasflasche bzw. Faltschachtel, aber diese Werte zeigten keine signifikante Abhängigkeit vom Grad der Entwässerung. Diese Produkte erreichten außerdem nicht die Zerfallcharakteristik der mit Magnesiumsilikat stabilisierenden Produkte, d. h. unter Bedingungen einer simulierten Bleichflotte mit einem Gehalt von 3g/l Natriumkarbonat-Perhydrat, die über 30 min bei 75°C gehalten wurde, verloren diese Produkte 20 bis 50% ihres Aktivsauerstoffs gegenüber nur 2 bis 7% bei Anwesenheit von Magnesiumsilikat. Diese Diskrepanz verstärkt sich bei Anwesenheit von  $Fe^{3+}/Cu^{2+}$ -Ionen weiter.

Zur Feststellung eines Zusammenhanges zwischen den oben genannten Trocknungsbedingungen und der erreichten Lagerungsstabilität wurden u. a. Versuche angestellt, bei denen ein separat getrocknetes Magnesiumsilikat vor der Herstellung dem teilchenförmigen Vorläufer zugesetzt wurde. Diese Mischung wurde sodann mit 70 Ma.-%igen Wasserstoffperoxid unter Bewegen besprüht. Dabei kam es bei Verwendung stark entwässerten pulverförmigen Magnesiumsilikates zu einem Aufheizen der Reaktionsmischung und zur vollständigen Zersetzung des Wasserstoffperoxids. Dagegen verläuft die Anlagerung des Wasserstoffperoxids ohne Magnesiumsilikat bzw. bei Anwendung feuchten, gegebenenfalls pastösen Magnesiumsilikats, genauso wie im Fall der oben genannten Einarbeitung des Stabilisators in das Wasserstoffperoxid, nur mit teilweisen Verlusten bzw. ohne Schwierigkeiten. Das läßt die Schlußfolgerung zu, daß bei Anwendung scharfer Trocknungsbedingungen bzw. bei weitgehender Entwässerung des Produkts auch das eingearbeitete Magnesiumsilikat mehr oder weniger stark entwässert wird und, entsprechend der eingearbeiteten Menge an dem Grad seiner Verteilung im Produkt, zur Zersetzung des Wasserstoffperoxids beiträgt. Diese Erkenntnisse widersprechen früheren Erfahrungen nicht, die vor der Verwendung scharf getrockneter Magnesiumsilikats, die ihre kolloidalen Eigenschaften verloren haben, zur Stabilisierung des Aktivsauerstoffs warnen. Bereits K. Lindner (Fette, Seifen, Anstrichmittel 57, Nr. 8 [1955] S. 575–582) empfiehlt Magnesiumsilikats mit einem Wassergehalt von 20%. B. Werdemann (Seifen-Öle-Fette-Wachse, 83, Nr. 6–10 [1957] S. 123 ff, S. 175 f, S. 217 f, S. 267 ff) nimmt an, daß scharf entwässerte Magnesiumsilikats ihre kolloidalen Eigenschaften verlieren und keine stabilisierende Wirkung besitzen. Überraschend ist dagegen die Erkenntnis, das eine falsche Behandlung des Magnesiumsilikats, insbesondere vor der Trocknung der Reaktionsmischung eingearbeiteten Stabilisators, sogar gegenteilige Folgen haben kann. Die dabei auftretenden Zersetzungs Vorgänge sind natürlich, verglichen mit der oben genannten stürmischen Zersetzung bei Kontakt mit freiem, frisch zugegebenen Wasserstoffperoxid, wesentlich geringer, da wahrscheinlich nur Teile der Stabilisatormenge bzw. an bestimmten Stellen im Kristallgefüge, z. B. auf Oberflächen lokalisierter Stabilisatoren, geschädigt werden und der Kontakt zwischen Stabilisator und Aktivsauerstoff nur zu einem geringen Teil direkt, ansonsten aber nur über Diffusionsvorgänge erfolgen kann. Trotzdem ist die Stabilität für ein Produkt guter Lagerfähigkeit völlig unzureichend. Außerdem kann es unter Bedingungen, wie

sie z. B. in kontinuierlich arbeitenden Drehtrommel- oder Wirbelschichttrockner gegeben sind, auf Grund der unterschiedlichen Verweilzeit zu einer stärkeren Entwässerung staubfeiner bzw. in der Körnung unterdurchschnittlicher Partikel kommen, die dann zum Träger unwirksamen bzw. geschädigten Stabilisators werden. Daraus ist ersichtlich, daß derartige Effekte bei der erfindungsgemäßen Verfahrensweise nicht oder in wesentlich abgeschwächter Form auftreten, da keine weitgehende Entwässerung des Produkts vorgenommen wird. Es besteht auch kein weiterer Zwang zur Herstellung völlig trockener Produkte, da sie meist in Waschmitteln mit einem weitaus höheren Wassergehalt eingearbeitet werden und der vermeintliche Vorteil durch den schnellen Zutritt von Wasser aus der Mischung zunichte gemacht wird. Andererseits ist es nicht sinnvoll, auf die Verwendung von Magnesiumsilikat zu verzichten und ausschließlich andere Stabilisatoren zu verwenden, da sie auf vorzügliche Stabilisierung in der Bleichflotte, wie oben beschrieben, verzichtet wird. Will man das Natriumkarbonat-Perhydrat in der erfindungsgemäßen Form erhalten, die noch einen Restgehalt an Wasser in der beschriebenen Menge aufweist, kann man vorteilhaft eine zweistufige Trocknung betreiben. In der ersten Stufe, in der der Wassergehalt bis auf Werte über 5 Ma.-% abgesenkt wird, kann man vorteilhaft härtere Trocknungsbedingungen, z. B. höhere Temperatur des Trocknungsmediums, anwenden. Die Endtrocknung, die ja in einem engen Feuchteintervall beendet sein soll, wird dann mit Warmluft von 50 bis 80°C ausgeführt. Es ist auch möglich, das Trocknungsmedium so zu befeuchten, daß die Endtrocknung langsam erfolgt und die vollständige Entwässerung durch Gleichgewichtseinstellung des Wasserdampfpartialdruckes verhindert wird.

Der zweistufige Trocknungsprozeß kann nacheinander in diskontinuierlicher Weise in ein und derselben Apparatur ablaufen. Es können aber auch getrennte Trockner verwendet werden, wobei kontinuierlicher Betrieb möglich ist. Vorteilhaft ist z. B. die Verwendung eines Drehtrommeltrockners in kontinuierlichem Betrieb, wobei bei Gegenstrombetrieb das Trocknungsmedium an verschiedenen Stellen mit unterschiedlicher Temperatur und in unterschiedlicher Menge eingespeist wird. Dabei hat das austretende Gut in der 2. Trocknungsstufe Kontakt mit Warmluft von 50 bis 80°C. In der weiter in der Trommel zurückliegenden 1. Trocknungsstufe wird die Abluft der 2. Stufe mit frisch eingespeister Heißluft vermengt, so daß hier harte Trocknungsbedingungen herrschen und in diesem Bereich die Haupttrocknung abläuft. Diese Heißluft hat eine Temperatur von vorzugsweise 70°C bis 120°C und kann in anderer Menge als die Warmluft der 1. Stufe eingesetzt werden. Es ist auch möglich, die Herstellung des Natriumkarbonat-Perhydrats aus  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  und  $\text{H}_2\text{O}_2$  gleichzeitig bzw. im wesentlichen gleichzeitig mit der 1. Trocknungsstufe vorzunehmen.

Nach einem weiteren Merkmal vorliegender Erfindung wird die Entstehung größerer Mengen an geschädigtem Magnesiumsilikat dadurch eingeschränkt, daß man nur eine minimale Menge an Magnesiumsilikat, wie sie für z. T. ältere Verfahren, die die Einarbeitung des Magnesiumsilikats ins Wasserstoffperoxid vorsehen, charakteristisch ist, direkt mit dem Wasserstoffperoxid ins Natriumkarbonat-Perhydrat einarbeitet und so bei gleichzeitiger Anwendung eines weiteren Stabilisators, z. B. EDTA, eine gute Beständigkeit des trockenen Produkts erreicht. Um aber auch in der Bleichflotte eine ausreichende Stabilisierung zu besitzen, wird weiteres Natriumsilikat auf dem gleichen Wege eingearbeitet und dem fertigen Produkt in äquivalenter Menge ein Magnesiumsalz zugemischt, so daß sich im Moment des Auflörens in der Bleichflotte in situ Magnesiumsilikat bildet. So kann man beispielsweise die mit dem Wasserstoffperoxid ins Produkt eingebrachte Magnesiumsilikatmenge auf 1 g/kg bis 2 g/kg, bezogen auf das Endprodukt, begrenzen, ohne daß sich die Lagerfähigkeit der trockenen Mischung nennenswert verschlechtert. Gleichzeitig mit dem Magnesiumsilikat wird dem Wasserstoffperoxid überschüssiges gelöstes Silikat, beispielsweise Natriumsilikat, in einer Menge zugesetzt, die im Produkt bis zu 5 g/kg (als  $\text{SiO}_2$ ) ergibt. Dem getrockneten Produkt wird sodann wasserfreies granuliertes Magnesiumsulfat in einer Menge bis zu 10 g/kg zugemischt. Es kann natürlich jedes andere lösliche Magnesiumsalz in ähnlicher Weise verwendet werden. Die folgenden Beispiele sollten die Erfindung näher erläutern:

#### Beispiel 1

In einem Drehtrommelreaktor von 30 cm Durchmesser und 50 cm Länge wurden 1 000 g Leichtsoda vorgelegt und durch Besprühen mit 70 Ma.-%igem Wasserstoffperoxid, das mit kolloidal gelöstem Magnesiumsilikat und EDTA stabilisiert war, zu Natriumkarbonat-Perhydrat umgesetzt. Während der Umsetzung wurde die Drehtrommel mit Wasser gekühlt, wobei die Temperatur der Reaktionsmischung 50°C nicht überschritt. Es wurden insgesamt 450 g Wasserstoffperoxid 70%ig zugegeben. Das feuchte Natriumkarbonat-Perhydrat wurde sodann in der Trommel mit Warmluft von 90°C getrocknet. Dabei wurde der Wassergehalt von etwa 9 bis 12 Ma.-% auf 5 bis 7 Ma.-% verringert. In einer weiteren Phase wurde mit Warmluft von 50°C die Endtrocknung durchgeführt. Man erhielt in 5 gleichartigen Versuchen Produktmengen von 1 280 bis 1 300 g, wobei mit der Warmluft aufgeblasener Staub dem Produkt wieder hinzugeführt wurde. Das Produkt enthielt 21 bis 22 Ma.-%  $\text{H}_2\text{O}_2$  und 2,5 bis 3,5 Ma.-% an  $\text{H}_2\text{O}$ . Der Gehalt an Magnesiumsilikat betrug etwa 8 g/kg Produkt und der Gehalt an EDTA betrug etwa 0,1 g/kg. Die Stabilität wurde durch den Aktivsauerstoffverlust, der sich bei einer Einlagerung im Wärmeschrank über 16 h bei 65°C ergab, charakterisiert. Die Produkte verloren, bezogen auf den ursprünglichen Gehalt, nur 0,4 bis 1,5% ihres Aktivsauerstoffs.

#### Vergleichsbeispiel 1

Die Versuche gemäß Beispiel 1 wurden wiederholt, wobei die Trocknung mit Warmluft von 80°C bis zu einem Endwassergehalt von 0,5 bis 1,2 Ma.-% fortgeführt wurde. Die Produkte verloren unter den gleichen Testbedingungen immerhin 2,5 bis 7,9% ihres ursprünglichen Aktivsauerstoffgehaltes, wobei die Werte stark streuten.

#### Beispiel 2

Es wurden in 2 gleichartigen Versuchen, unter den Bedingungen, wie sie im Vergleichsbeispiel 1 angewandt wurden, Produkte mit einem verringerten Magnesiumsilikatgehalt hergestellt. Die Produkte enthielten nur 1 g/kg des Stabilisators, der ebenfalls mit dem Wasserstoffperoxid zugegeben wurde. Darüber hinaus enthielt das Wasserstoffperoxid soviel Natriumsilikat, das mit dieser Menge in Gegenwart von  $\text{Mg}^{2+}$ -Ionen weitere 7 g/kg Magnesiumsilikat gebildet werden konnten. Der Aktivsauerstoffverlust betrug bei den gleichen Testbedingungen 2,9 bzw. 4,1%. Die Produkte wurden in zwei gleiche Portionen geteilt, von denen jeweils eine mit  $\text{MgSO}_4$  (wasserfreies Granulat) in einer Menge von 10 g/kg gemischt wurde. Daraufhin wurden diese Produkte unter den Bedingungen einer simulierten Bleichflotte (3 g/l Natriumkarbonat-Perhydrat, 75°C, Aktivsauerstoffverlust nach 30 min) getestet. Während die nicht abgemischten Produkte 24 bzw. 19% ihres Aktivsauerstoffs verloren, betrug der Verlust bei den abgemischten Produkten nur 3,6 bzw. 5,2%.

**Beispiel 3**

Es wurde wie in Beispiel 2 verfahren, jedoch wurde auf die scharfe Endtrocknung verzichtet und die Trocknung wie in Beispiel 1 durchgeführt. Die Produkte werden generell mit  $\text{MgSO}_4$  abgemischt. Die im Wärmeschrank ermittelten Aktivsauerstoffverluste betragen nur 0,4 bis 1,5% des ursprünglichen Gehaltes. Die Stabilisierung in der wäßrigen Lösung war von gleicher Güte wie bei den vergleichbaren Gemischen gemäß Beispiel 2.