



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11) **EP 1 032 641 B1**

(12) **EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT**

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des Hinweises auf die Patenterteilung:
30.08.2006 Patentblatt 2006/35

(51) Int Cl.:
C11D 11/02 ^(2006.01) **C11D 17/06** ^(2006.01)
C11D 11/00 ^(2006.01)

(21) Anmeldenummer: **98961137.1**

(86) Internationale Anmeldenummer:
PCT/EP1998/007060

(22) Anmeldetag: **05.11.1998**

(87) Internationale Veröffentlichungsnummer:
WO 1999/025805 (27.05.1999 Gazette 1999/21)

(54) **VERBESSERTES VERFAHREN ZUM HERSTELLEN VON TENSIDGRANULATEN MIT EINEM HOHEN SCHÜTTGEWICHT**

IMPROVED METHOD FOR PRODUCING TENSIDE GRANULATES WITH A HIGHER BULK DENSITY

PROCEDE AMELIORE DESTINE A LA PRODUCTION DE GRANULES TENSIOACTIFS AVEC UNE DENSITE EN VRAC ELEVEE

(84) Benannte Vertragsstaaten:
BE DE DK ES FR GB IT NL SE

(30) Priorität: **14.11.1997 DE 19750424**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
06.09.2000 Patentblatt 2000/36

(73) Patentinhaber: **Cognis IP Management GmbH
40589 Düsseldorf (DE)**

(72) Erfinder:
• **BLOCHWITZ, Olaf
D-39307 Genthin (DE)**

- **ASSMANN, Georg
D-41363 Jüchen (DE)**
- **SYLDATH, Andreas
D-40789 Monheim (DE)**
- **KISCHKEL, Ditmar
D-40789 Monheim (DE)**
- **SCHMID, Karl-Heinz
D-40822 Mettmann (DE)**

(56) Entgegenhaltungen:
DE-A- 4 127 323 DE-A- 19 524 464
GB-A- 2 003 913 GB-A- 2 005 715
US-A- 4 552 681

EP 1 032 641 B1

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist. (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Herstellen wasch- und reinigungsaktiver tensidhaltiger Granulate mit einem Schüttgewicht oberhalb von 500 g/l aus einer Tensid-Zubereitungsform, die eine nicht-tensidische Flüssigkomponente, insbesondere Wasser, aufweist, und die unter Normaldruck bei Temperaturen zwischen 20 und 80 °C in flüssiger bis pastöser Form vorliegt, durch Granulieren und gleichzeitiges Trocknen in einer Wirbelschicht oberhalb eines mit Durchtrittsöffnungen für das Wirbelgas, insbesondere Wirbelluft, versehenen Anströmbodens, wobei unter Trocknen das teilweise oder vollständige Entfernen der nicht-tensidischen Flüssigkomponente verstanden wird.

[0002] Ein derartiges Verfahren ist aus der europäischen Patentschrift 0 603 207 B1 der Anmelderin bekannt. Der Anströmboden und die Größe und Form seiner Durchtrittsöffnungen können unterschiedlich sein, wie es bereits in der genannten Patentschrift im einzelnen dargestellt ist.

[0003] Bei diesem bekannten Verfahren tritt es immer wieder, insbesondere bei Unterbrechung des Betriebs, auf, daß Granulate durch die Öffnungen des Anströmbodens in den besonders heißen Bereich unterhalb des Bodens fallen, dort thermisch und farblich geschädigt werden und zum Teil wieder durch die Öffnungen des Anströmbodens in die Wirbelschicht gelangen, so daß das Endprodukt weiße Granulate mit braunen bis schwarzen Flecken enthält, die das gesamte Produkt gebrauchsuntauglich machen. Verbleiben die durch den Anströmboden nach unten gefallenen Partikel in diesem heißen Bereich, so ist nach jedem Stillstand der Anlage eine aufwendige Reinigung dieser Anströmzone und auch des Bodens selber, an dem diese Partikel anhaften, erforderlich. Die Probleme treten insbesondere bei der Herstellung von Granulaten mit besonders hohen Schüttgewichten oberhalb von 500 g/l auf. Diese besonders schweren Partikel fallen teilweise sogar während des Betriebs entgegen der Wirbelluft durch die Durchtrittsöffnungen des Anströmbodens in den unteren heißen Bereich, aus welchem sie nach einer thermischen Zersetzung und einem Auseinanderbrechen durch die Wirbelluft wieder in die Wirbelschicht geblasen werden. Ein weiteres schwerwichtiges Problem bei der Herstellung von Granulaten mit besonders hohen Schüttgewichten entsprechend dem bekannten Verfahren liegt im Anbacken der aufgrund ihres Tensidgehaltes klebrigen heißen Granulate auf dem Anströmboden und im Bereich seiner Durchtrittsöffnungen, wo sie den freien Querschnitt allmählich verengen, bis die Lüftung für das Wirbelgas den auf diese Weise entstandenen Druckverlust nicht mehr kompensieren kann. Die Anlage muß spätestens zu diesem Zeitpunkt abgeschaltet und der Anströmboden unter großem Aufwand von den zum Teil thermisch zersetzten Anbackungen befreit werden. Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, die Wirtschaftlichkeit des Verfahrens der eingangs genannten Art zu verbessern. Insbesondere soll die Dauer eines ununterbrochenen Betriebs einer entsprechenden Anlage erheblich verlängert werden. Außerdem soll die Qualität des erhaltenen Produktes so verbessert werden, dass nicht mehr die Gefahr von schwarzen oder braunen Flecken ("Stippen") auf den bevorzugt weißen Granulaten auftritt. Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst durch ein Verfahren zum Herstellen wasch- und reinigungsaktiver tensidhaltiger Granulate mit einem Schüttgewicht oberhalb von 500 g/l aus einer Tensid-Zubereitungsform, die eine nicht-tensidische Flüssigkomponente, insbesondere Wasser, aufweist, und die unter Normaldruck bei Temperaturen zwischen 20 und 80 °C in flüssiger bis pastöser Form vorliegt, durch Granulieren und gleichzeitiges Trocknen in einer Wirbelschicht oberhalb eines mit Durchtrittsöffnungen für das Wirbelgas, insbesondere Wirbelluft, versehenen Anströmbodens, wobei unter Trocknen das teilweise oder vollständige Entfernen der nicht-tensidischen Flüssigkomponente verstanden wird, dadurch gekennzeichnet, dass die Durchtrittsöffnungen von einem Gitternetz mit Maschenweiten kleiner als 600 µm bedeckt sind. In einer praktischen Ausführungsform kann auf die Unterseite eines an sich bekannten Anströmbodens eine Metall-Gaze mit der entsprechenden Maschenweite aufgesintert oder auf andere Weise befestigt sein. Die Metall-Gaze besteht vorzugsweise aus dem gleichen Material wie der Anströmboden, insbesondere aus Edelstahl. Mit dem feinmaschigen Gitternetz wird ein Durchfallen von Partikeln insbesondere bei einem unplanmäßigen Stillstand der Granulationsanlage, aber im Falle der schweren Partikel mit Schüttgewichten um 1000 g/l auch während des Betriebes, verhindert.

[0004] Vorzugsweise liegt die Maschenweite des genannten Gitternetzes zwischen 200 und 400 µm.

[0005] Zum Entfernen der im Betrieb auftretenden Anbackungen an der Oberseite des Anströmbodens und auf dem die Durchtrittsöffnungen ausfüllenden Gitternetz ist ein Abschalten der Granulationsvorrichtung mit einem anschließenden manuellen Reinigen nicht mehr oder nur in weitaus längeren Zeitabständen erforderlich, wenn man in einer weiteren vorteilhaften Ausgestaltung der Erfindung die Oberseite des Anströmbodens während des laufenden Betriebs mittels eines Schiebers, Kratzers oder dergleichen reinigt. Eine solche Reinigung kann manuell oder automatisch vorgenommen werden. Der dazu eingesetzte Kratzer oder Schaber kann aus einem thermisch beständigen Kunststoff, z. B. Polytetrafluorethylen (PTFE), bestehen, um eine Beschädigung des Anströmbodens mit Sicherheit auszuschließen.

[0006] In ähnlicher Weise ist es von Vorteil, wenn man die Innenseiten leicht zugänglicher Anlagenteile, insbesondere Rohrleitungen mit größerem Durchmesser, die zum allmählichen Zuwachsen durch anhaftende Produkte oder Produktbestandteile neigen, mittels mechanischer Schaber während des laufenden Betriebes reinigt. Als Beispiel für einen zum Anhaften neigenden Produktbestandteil von Wasch- und Reinigungsmitteln seien Fettalkoholsulfate (FAS) genannt, die bei erhöhten Temperaturen hydrolysieren können.

[0007] Von Vorteil ist es außerdem, wenn der eingesetzte Anströmboden einen Druckverlust von höchstens 10 mbar

und insbesondere höchstens 6 mbar hat.

[0008] Bei der Durchführung des Granulationsverfahrens ist es nicht zu vermeiden, daß Überkorn, also Granulate mit Korngrößen oberhalb des gewünschten Bereiches, entsteht. Es ist bekannt, das Überkorn zu mahlen, das erhaltene Gutkorn, also die Granulate innerhalb des gewünschten Korngrößenbereiches, dem fertigen Produktstrom zuzufügen und das Feinkorn, also die Granulate mit Korngrößen unterhalb des gewünschten Bereiches, in den Wirbelschichtapparat als Keime einzublasen.

[0009] Beim Vermahlen von besonders großem Überkorn treten jedoch Probleme auf. Diese Granulate sind im allgemeinen nicht vollständig durchgetrocknet und enthalten in ihrem Inneren die noch nicht kristallisierte Tensid-Zubereitungsform. Dieser flüssige bis pastöse und heiße Anteil backt an den Walzen der Mühle an, so daß die Walzen häufiger als üblich gereinigt werden müssen.

[0010] Zur weiteren Verbesserung der Wirtschaftlichkeit des eingangs genannten Verfahrens, in welchem man außerdem die erhaltenen Granulate mittels Sieben nach dem gewünschten Korngrößenbereich klassiert, wird daher vorgeschlagen, daß man das beim Sieben erhaltene Unterkorn in die Wirbelschicht zurückführt, das oberhalb der gewünschten Korngröße, aber unterhalb einer vorgegebenen Größe liegende Überkorn mahlt und ebenfalls in die Wirbelschicht zurückführt und das oberhalb der vorgegebenen Größe liegende Überkorn sammelt, kühlt und erst danach mahlt und in die Wirbelschicht zurückführt.

[0011] Vorzugsweise liegt die genannte vorgegebene Korngröße bei etwa 10 mm. Der gewünschte Korngrößenbereich liegt vorzugsweise bei 0,4 bis 1,6 mm.

[0012] Günstig ist es im erfindungsgemäßen Verfahren, wenn die eingesetzte Tensid-Zubereitungsform eine Tensid-Konzentration von 35 bis 95 Gew.-% hat. Besonders geeignete Zusammensetzungen der Zubereitungsform sind in der EP 0 603 207 B1 genannt, auf die zum Ergänzen der Offenbarung ausdrücklich Bezug genommen wird.

[0013] Die eingesetzte wäßrige Tensid-Zubereitungsform hat eine relativ hohe Viskosität von 3 000 bis 20 000 mPas. Diese Zähigkeit erfordert eine Zweistoffverdüsung. Beim Einsprühen der Tensid-Zubereitungsform in das Wirbelbett wird eine besonders feine Verteilung der Tröpfchen gewünscht. Die Gründe dafür liegen in der Notwendigkeit, neben den Granulaten im gewünschten Korngrößenbereich auch eine ausreichende Menge an Feinkorn, das als Keimmaterial dient, zu produzieren. Außerdem soll der Anteil an Überkorn, also an Granulaten mit Korngrößen oberhalb des gewünschten Bereiches, möglichst klein gehalten werden. Eine feine Verteilung der Tröpfchen hat den weiteren Vorteil einer im Vergleich zum Volumen relativ großen Oberfläche des Tröpfchens bzw. Partikels, so daß es nicht nur schnell, sondern auch vollständig auftröcknet und im Inneren kein gelartiger klebriger Bereich verbleibt, der bei der Lagerung sowie der Anwendung des fertigen Produkts zu Problemen führen kann.

[0014] Aus diesem Grunde wird vorgeschlagen, daß man die Tensid-Zubereitungsform in das Wirbelbett mittels mindestens einer Düse einsprüht, die mindestens einen zusätzlichen Düsenkanal für Druckluft, insbesondere Dralluft, zur feinen Vernebelung der Tensid-Zubereitungsform aufweist. Vorzugsweise liegt der Düsenkanal für die Druckluft außen und der Kanal für die Tensid-Zubereitungsform innen.

[0015] Je niedriger der Flüssigkeitsdurchsatz durch die Düse, desto höher ist der spezifische Luftverbrauch und desto feiner wird die Tropfenverteilung. Eine zu feine Tropfenverteilung ist allerdings nachteilig, da die Tröpfchen nahezu vollständig abtrocknen, bevor sie die im Wirbelbett vorhandenen Granulate erreichen, so daß der damit entstehende übergroße Anteil an Keimen schnell in den Filter des Wirbelschichtapparates geblasen wird. Außerdem erhält man im Falle von Tröpfchen, die sich beim Aufprall auf die bereits vorhandenen Granulate bereits teilweise verfestigt haben, nichtgewünschte relativ leichte Agglomerate, also ein Produkt mit einem zu niedrigen Schüttgewicht. Durch die Verwendung von geeigneten Düsen und einer Einstellung eines geeigneten Luftverbrauchs und Flüssigkeits-Durchsatzes läßt sich ein Produkt mit einem relativ hohen Schüttgewicht herstellen, wobei gleichzeitig eine ausreichende Menge an neuen Keimen erzeugt wird. Als besonders günstig hat es sich herausgestellt, wenn man eine Düse mit einem Luftverbrauch von 0,5 bis 1,3 kg Luft/kg Flüssigkeit bei einem Flüssigkeits-Durchsatz von 150 bis 850 kg/h einsetzt.

[0016] Grundsätzlich können die Düsen in unterschiedlicher Weise im Inneren des Wirbelschichtapparates angebracht sein. Bekannt ist es beispielsweise, die Düsen an Halterungen im Inneren des Wirbelschichtapparates anzubringen. An den Halterungen sowie an den in diesem Fall notwendigerweise im Inneren des Wirbelschichtapparates verlaufenden Versorgungsleitungen für die Düsen lagern sich jedoch in nachteiliger Weise Produktbestandteile ab, so daß eine Reinigung von Zeit zu Zeit erforderlich ist. Ein weiterer Nachteil bei dieser Anordnung besteht in einer möglichen Störung des Wirbelbettes durch die Halterungen und Versorgungsleitungen. Diese Anordnung der Düsen mit ihren Versorgungsleitungen wurde dennoch bisher gewählt, um sicherzustellen, daß eine gleichmäßige Besprühung des Wirbelbettes von oben nach unten erreicht wird.

[0017] Die Erfinder haben nun überraschenderweise herausgefunden, daß die erforderliche gleichmäßige Besprühung des Wirbelbettes von oben nach unten auch dann gewährleistet ist, wenn die Düsen unmittelbar an der Innenwand des Wirbelschichtapparates angebracht sind. Sie sind in diesem Fall schräg nach unten gerichtet. Es wird daher in einer weiteren vorteilhaften Ausgestaltung der Erfindung vorgeschlagen, daß man die Tensid-Zubereitungsform mittels Düsen einsprüht, die an der Innenseite der Seitenwand des Wirbelschichtapparates angeordnet sind, wobei die Zuleitungen für die Düsen außerhalb des Wirbelschichtapparates verlaufen. Die Anordnung der Zuleitungen hat neben dem Ver-

meiden von Anbackungen den zusätzlichen Vorteil, daß Undichtigkeiten in den Zuleitungen sofort vom Bedienungspersonal erkannt und auf einfache Weise von außen behoben werden können. Bei dieser Anordnung der Düsen ist außerdem eine Eindüsung in unterschiedlichen Höhen möglich.

[0018] Im Wirbelschicht-Granulationsverfahren nach der genannten EP 0 603 207 B1 ist die Zugabe von Keimen nur zu Beginn des Verfahrens notwendig. Da bei der Produktion jedoch laufend Granulate außerhalb des gewünschten Korngrößenbereiches des Gutproduktes entstehen, ist es aus wirtschaftlichen Gründen zweckmäßig, wenn man in einer weiteren vorteilhaften Ausführungsform der Erfindung während des laufenden Verfahrens 1 bis 90 Gew.-%, insbesondere 2 bis 80 Gew.-% Keimmaterial, bezogen auf den Produktausstoß, dem Wirbelbett zuführt.

[0019] Vorzugsweise handelt es sich bei diesem Keimmaterial um hergestellte Granulate mit einer zu kleinen Korngröße oder entsprechende Granulate mit einer zu großen Korngröße, die aufgemahlen und abgeseibt worden sind.

[0020] Zu den eingesetzten und bevorzugten Wirbelluftgeschwindigkeiten wird auf die EP 0 603 207 B1 verwiesen. Die bevorzugte Eintrittstemperatur der Wirbelluft liegt bei 80 bis 230 °C, die bevorzugte Luftaustrittstemperatur bei 30 bis 120 °C.

[0021] Bereits im bekannten Verfahren wird das aus der Wirbelschicht abgezogene Produkt in einem Produktkühler gekühlt, bevor es abgepackt wird. Im Gegensatz zum bisherigen Verfahren ist es von Vorteil, wenn anstelle von Umgebungsluft zum Kühlen eine bereits gekühlte Zuluft insbesondere mit einer Temperatur von 5 bis 8 °C eingesetzt wird, so daß in jedem Fall, auch an sehr heißen Sommertagen, eine Produkttemperatur von weniger als 35 °C mit Sicherheit eingehalten wird. Auch die geringere absolute Feuchte dieser vorgekühlten Kühlluft hat für die wasch- und reinigungsaktiven Granulate Vorteile, da dem Produkt auf diese Weise weitere (Rest-) Feuchtigkeit entzogen wird, wodurch sich eine erhöhte Lagerstabilität einstellt.

[0022] Im oder am Produktkühler ist vorzugsweise ein Filter eingebaut, dessen Filterstaub als Keimmaterial in die Wirbelschicht zurückgeführt wird. Der Kühler arbeitet insbesondere selbstfördernd.

[0023] Von Vorteil ist außerdem das folgende Filtersystem für die eigentliche Wirbelbetтанlage. Neben einem optionalen Aufsatzfilter ist ein separater Zyklon zur Abscheidung von Partikeln von einem externen Filtersystem vorgesehen. Die Auslegung der Filter hängt von den jeweiligen Stoffeigenschaften des zu granulierten Produktes und der anfallenden Staubmenge ab.

[0024] Die Fahrweise des verwendeten Brenners kann direkt oder indirekt sein. Bei direkter Fahrweise kommt das heiße Abgas des Brenners unmittelbar in Kontakt mit dem Wirbelbett. Bei indirekter Fahrweise, die hier bevorzugt ist, ist ein Wärmetauscher zwischengeschaltet, in welchem die Abgase das Wirbelgas, z. B. Luft, erhitzen.

[0025] Im folgenden werden Ausführungsbeispiele des erfindungsgemäßen Verfahrens näher beschrieben, welche in einer Vorrichtung nach Figur 1 durchgeführt worden sind. Ein Produktfließschema wird in Figur 2 dargestellt.

[0026] Figur 1 zeigt eine zum Durchführen des erfindungsgemäßen Verfahrens geeignete Vorrichtung in einer schematischen Darstellung. Die zu trocknende und zu granulierende Tensid-Zubereitungsform wird aus gerührten Vorlagen 1 unterschiedlicher Größe über Dosierpumpen 2 und eine Leitung 3 zum Wirbelschichtgranuliertrockner 4 geführt. Die Vorlagen 1 sind mit den Leitungen 3 für die Düsen 8 so verschaltet, daß unterschiedliche Pumpen 2 und Düsen 8 aus den Vorlagen 1 bedient werden können. Eine Mischung des Inhalts unterschiedlicher Vorlagen 1 zur Einstellung der gewünschten Rezeptur ist auf diese Weise möglich. Ein weiterer Vorteil liegt in der Möglichkeit, bei Störungen von einer Düse 8 auf eine andere Düse 8 umzuschalten, ohne daß der Betrieb des Granuliertrockners 4 unterbrochen werden muß.

[0027] Der Wirbelschichtgranuliertrockner 4 besteht im wesentlichen aus zwei Bereichen, nämlich einem oberen Bereich mit der Wirbelschichtzone 5 oberhalb eines mit Durchtrittsöffnungen versehenen Anströmbodens 6. Die zum Aufrechterhalten der Wirbelschicht erforderliche Luft, die hier außerdem zum Trocknen dient, strömt aus dem unteren, besonderen heißen Bereich 7 nach oben durch die Durchtrittsöffnungen des Anströmbodens 6.

[0028] Der Anströmboden 6 besteht in diesem Beispiel aus sechs kreissektorförmigen Elementen, wobei eine zentrale Kreisöffnung für das Fallrohr 13 freigehalten ist. Alternativ kann der Boden 6 auch einstückig sein. Der Anströmboden ist mit Löchern von 2 mm Durchmesser ausgerüstet, die einen Abstand von 10 mm (Lochteilung) haben. Im Betrieb bewegt sich der Partikelstrom an der Außenwand nach oben und von dort zum zentralen Austragsbereich hin, wo er mittels der im Fallrohr 13 nach oben strömenden Sicherluft klassiert wird. Die Granulate oberhalb eines bestimmten Korngrößenbereiches fallen durch das Fallrohr 13 nach unten zur Zellradschleuse 14; die kleineren und leichteren Partikel bewegen sich in der Nähe des Anströmbodens wieder nach außen zur Seitenwand des Wirbelschichtgranuliertrockners 4.

[0029] Um ein Durchfallen der erfindungsgemäß hergestellten relativ schweren Granulate durch die Öffnungen im Anströmboden zu vermeiden, ist unter dem Boden ein Drahtnetz mit einer Maschenweite von 0,3 mm gesintert. Der Druckverlust des gesamten Bodens steigt auf diese Weise von 2 mbar auf 6 mbar an. Bei dieser Ausgestaltung des Anströmbodens 6 wurde kein Durchfallen von Produkt mehr beobachtet im Gegensatz zu einem Boden ohne dieses Drahtnetz.

[0030] Die pastöse Tensid-Zubereitungsform wird über die Leitung 3 sechs Düsen 8 zugeführt und dort mittels Druckluft von etwa 3 bar, die den Düsen über die Leitung 9 zugeführt und innerhalb der Düsen 8 in eine Drallbewegung versetzt wird, in besonders feine Tröpfchen zerteilt. Die Düsen 8 sind an der Innenseite der Seitenwand des Wirbelschichtgra-

nuliertrockners 4 angebracht und schräg nach unten gerichtet, wobei die Sprühhichtung von außen verstellt werden kann. Die Tröpfchen prallen auf die Partikel des Wirbelbett auf, werden gleichzeitig getrocknet und lassen die Teilchen des Wirbelbettes zu größeren Granulaten anwachsen. Die für das Verfahren erforderlichen feinteiligen Feststoffe, die sogenannten Keime, werden über Leitungen 10, 11, 12 dem Wirbelbett zugeführt. Die Keime stammen aus unterschiedlichen Quellen, wie nachstehend noch erläutert wird.

[0031] Die Granulate, deren Korngröße im gewünschten Bereich oder darüber liegen, werden über ein Fallrohr 13 und eine Zellradschleuse 14 ausgetragen und einem Kühler 15 zugeführt. Zur Korngrößenklassierung läßt man Sichterluft von unten in das Fallrohr 13 eintreten. Diese Einzelheit ist der Übersichtlichkeit halber in Figur 1 nicht dargestellt.

[0032] Die noch relativ heißen Granulate werden mit auf 5 bis 8 °C temperierter Luft gekühlt, die über eine Leitung 16 zugeführt wird, verlassen den Kühler 15 über eine weitere Zellradschleuse 17 und werden von einem Transportband 8 einer Siebanlage 19 zugeführt. Die Abluft des Kühlers 15 wird mit einem Schlauch- bzw. Taschenfilter 20 gereinigt, wobei die abgefilterten Feinanteile als Keimmateriel wieder in die Wirbelschicht zurückgeführt werden.

[0033] Die Siebanlage 19 besteht aus mindestens zwei Siebdecks 21. Überkorn 22 mit einer Größe von mehr als 10 mm wird gesammelt, gekühlt und erst später aufgemahlen, wenn dieses Überkorn auch im Inneren soweit abgekühlt ist, so daß dieses Korn durchgehend kristallisiert ist. Grobkörner mit einer Korngröße unterhalb von 10 mm, aber oberhalb des gewünschten Korngrößenbereiches werden über eine Schnecke 23 und eine pneumatische Steilförderstrecke 24 einer Walzenmühle (Walzenstuhl) 25 aufgegeben und dort vermahlen. Die Spaltweite des Walzenstuhls kann zwischen 0,4 mm und 1,2 mm eingestellt werden. Das vermahlene Gut kann entweder zur Siebanlage 19 (Leitung 26) oder zurück in das Wirbelbett unmittelbar oberhalb des Anströmbodens (Leitung 27) geführt werden.

[0034] Das aus der Siebanlage 19 erhaltene Gutkorn, also die Granulate innerhalb des gewünschten Korngrößenbereiches, werden über die Leitung 28 abgezogen und verpackt.

[0035] Zur Vervollständigung des Wirbelschichtgranuliertrockners 4 ist eine Filteranlage 29 mit einem Schlauch- oder Taschenfilter auf Nadelfilzbasis für die Abluft sowie ein Brenner 30 zum Erhitzen der über die Leitung 31 zugeführten Wirbelluft vorgesehen. Hier wird mit einer sogenannten direkten Fahrweise des Brenners gearbeitet. Die Anlage ist außerdem mit einem Notkamin 33 hinter dem Brenner 30 ausgerüstet. Hierdurch kann die heiße Luft aus dem Brenner (Nachwärme) im Notfall direkt an die Umgebung abgegeben werden, ohne die organischen Bestandteile in der Wirbelschicht zusätzlich zu erwärmen oder zu fluidisieren. Im Brandfall wird der Brandherd schnell über eine Wassereindüsung aus einer speziell installierten Einrichtung gelöscht. Da keine Zuluft mehr durch die Wirbelschicht geschickt wird, kann ein Brand nicht erneut angefacht werden, und die Sauerstoffzufuhr wird gleichzeitig unterbunden.

[0036] Die Abluft aus der Filteranlage 29 kann nach einer Gaswäsche wieder als Zuluft für den Brenner 30 bzw. den entsprechenden Wärmetauscher eingesetzt werden. Auf diese Weise kann ein Umluftbetrieb ohne Emissionen erreicht werden.

[0037] Die in der Filteranlage 29 anfallenden Feinanteile werden über eine Zellradschleuse 32 und die Leitung 12 dem Wirbelbett ebenfalls als Keimmateriel wieder zugegeben.

[0038] Bei der Granulation und Trocknung von klebrigen Produkten ist der Einsatz von Räumschleusen von Vorteil. Unter Räumschleusen werden Schleusen für Pulver bzw. Granulate mit einer Möglichkeit zur Zwangsräumung verstanden. Günstig ist der Einsatz derartiger Räumschleusen im Bereich zwischen der Wirbelschicht und der Zellenradschleuse 14, vor der Zellenradschleuse 32 des Hauptfilters 29 sowie zwischen dem Kühler 15 und der nachgeschalteten Zellenradschleuse 17. Bei klebrigen Produkten wird auf diese Weise vermieden, daß die Zellenradschleuse verklebt.

[0039] In Figur 2 wird noch einmal zusammenfassend ein erfindungsgemäßes Ausführungsbeispiel des Verfahrens anhand eines Produktfließschemas gezeigt. Die hier verwendeten Bezugszeichen haben die gleiche Bedeutung wie in Figur 1. Die durchgezogenen Linien kennzeichnen eine kontinuierliche, die gestrichelten Linien eine diskontinuierliche Durchführung der entsprechenden Verfahrensschritte.

[0040] Das im Wirbelschichtgranuliertrockner 4 hergestellte Produkt wird im Wirbelschichtkühler 15 heruntergekühlt, bevor es auf eine Taumelsiebmaschine 19 gegeben wird. Das Gutkorn gelangt zur Abfüllung 34; das Überkorn wird über eine Vorlage 35 und eine Dosierung 36 einem Walzenstuhl 25 aufgegeben. Alternativ kann das Überkorn auch in einer weiteren Vorlage 37 gesammelt und in Big Bags 38 abgefüllt und gelagert werden. Später können die Big Bags dosiert entleert werden (Bezugszeichen 39) und dem Walzenstuhl 25 zugeführt werden. Das besonders große Überkorn wird ebenfalls in Big Bags 40 gelagert und später dem genannten Walzenstuhl 25 oder einem anderen Walzenstuhl 41 zugeführt, wobei das gemahlene Produkt wiederum in Big Bags 42 zur späteren Verwendung abgefüllt wird.

[0041] Das vom Walzenstuhl 25 erhaltene gemahlene Produkt wird je nach Korngröße entweder dem Wirbelschichtgranuliertrockner 4 als Keimmateriel (Leitung 43) oder dem Wirbelschichtkühler 15 (Leitung 44) zugeleitet.

[0042] Dem Wirbelschichtgranuliertrockner 4 wird Keimmateriel auch aus anderen Quellen zugeführt, nämlich Feinkorn aus dem Abgasfilter 29, aus einem Silo 45 und aus den Big Bags 42.

[0043] In der nachfolgenden Tabelle werden Parameter zweier erfindungsgemäßer Verfahrensbeispiele angegeben. Als Sulfate wurden Natriumsalze eingesetzt. Unter "Fettalkoholsulfat" sind hier Sulfate, hergestellt aus einer Fettalkoholmischung mit den folgenden Anteilen, zu verstehen:

EP 1 032 641 B1

	C ₁₂ -Fettalkohol	13 Gew.-%
	C ₁₄ -Fettalkohol	6,5 Gew.-%
5	C ₁₆ -Fettalkohol	26 Gew.-%
	C ₁₈ -Fettalkohol	53 Gew.-%

[0044] Der Rest zu 100 Gew.-% verteilt sich auf andere Fettalkohole.

	Parameter	Fettalkoholsulfat	Laurylalkoholsulfat
10	Pastentemperatur	70 °C	40 °C
	Pastenviskosität	10.000 mPas	3.000 mPas
	Maschenweite des Gitternetzes	300 µm	300 µm
15	Druckverlust des Anströmbodens	6 mbar	6 mbar
	Siebschnitt	< 1,6 mm	< 1,25 mm
	Tensidkonzentration des Granulats	90 %	47 %
	Luftverbrauch	0,7 kg Luft/kg Flüssigkeit	0,7 kg Luft/kg Flüssigkeit
	Düsendurchsatz Paste	650 kg/h	650 kg/h
20	Eintrittstemperatur der Wirbelluft	230 °C	210 °C
	Luftaustrittstemperatur	90 °C	60 °C
	Schüttgewicht	600 g/l	700 g/l

25 **Bezugszeichenliste**

[0045]

	1	Vorlage
30	2	Dosierpumpe
	3	Leitung
	4	Wirbelschichtgranuliertrockner
	5	Wirbelschichtzone
	6	Anströmboden
35	7	unterer Bereich
	8	Düse
	9, 10, 11, 12	Leitung
	13	Fallrohr
	14	Zellradschleuse
40	15	Kühler
	16	Leitung
	17	Zellradschleuse
	18	Transportband
	19	Siebanlage
45	20	Schlauch- bzw. Taschenfilter
	21	Siebdeck
	22	Überkorn
	23	Schnecke
	24	pneumatische Steilförderstrecke
50	25	Walzenmühle
	26, 27, 28	Leitung
	29	Filteranlage
	30	Brenner
	31	Leitung
55	32	Zellradschleuse
	33	Notkamin
	34	Abfüllung
	35	Vorlage

36	Dosierung
37	Vorlage
38	Big Bags
39	Entleerung
5 40	Big Bags
41	Walzenstuhl
42	Big Bags
43, 44	Leitung

10

Patentansprüche

1. Verfahren zum Herstellen wasch- und reinigungsaktiver tensidhaltiger Granulate mit einem Schüttgewicht oberhalb von 500 g/l aus einer Tensid-Zubereitungsform, die eine nicht-tensidische Flüssigkomponente, insbesondere Wasser, aufweist, und die unter Normaldruck bei Temperaturen zwischen 20 und 80 °C in flüssiger bis pastöser Form vorliegt, durch Granulieren und gleichzeitiges Trocknen in einer Wirbelschicht oberhalb eines mit Durchtrittsöffnungen für das Wirbelgas, insbesondere Wirbelluft, versehenen Anströmbodens, wobei unter Trocknen das teilweise oder vollständige Entfernen der nicht-tensidischen Flüssigkomponente verstanden wird, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Durchtrittsöffnungen von einem Gitternetz mit Maschenweiten kleiner als 600 µm bedeckt sind.
2. Verfahren nach dem vorhergehenden Anspruch, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Maschenweite des Gitternetzes zwischen 200 und 400 µm liegt.
3. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** man die Oberseite des Anströmbodens während des laufenden Betriebs mittels eines Schiebers, Kratzers oder dergleichen reinigt.
4. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** der eingesetzte Anströmboden einen Druckverlust von höchstens 10 mbar und insbesondere höchstens 6 mbar hat.
5. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet, dass** man die erhaltenen Granulate mittels Sieben nach dem gewünschten Korngrößenbereich klassiert, wobei man das beim Sieben erhaltene Unterkorn in die Wirbelschicht zurückführt, das oberhalb der gewünschten Korngröße, aber unterhalb einer vorgegebenen Größe liegende Überkorn mahlt und ebenfalls in die Wirbelschicht zurückführt und das oberhalb der vorgegebenen Größe liegende Überkorn sammelt, kühlt und erst danach mahlt und in die Wirbelschicht zurückführt.
6. Verfahren nach dem vorhergehenden Anspruch 5, **dadurch gekennzeichnet, dass** die vorgegebene Korngröße bei etwa 10 mm liegt.
7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, **dadurch gekennzeichnet, dass** die eingesetzte Tensid-Zubereitungsform eine Tensid-Konzentration von 35 bis 95 Gew.-% hat.
8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, **dadurch gekennzeichnet, dass** man während des laufenden Verfahrens 1 bis 90 Gew.-%, insbesondere 2 bis 80 Gew.-% Keimmaterial, bezogen auf den Produktausstoß, dem Wirbelbett zuführt.
9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, **dadurch gekennzeichnet, dass** man das aus der Wirbelschicht abgezogene Produkt mit auf 5 bis 8 °C temperierter Luft kühlt.
10. Verfahren zum Herstellen wasch- und reinigungsaktiver tensidhaltiger Granulate nach einem der Ansprüche 1 bis 9 **dadurch gekennzeichnet, dass** man die Tensidzubereitungsform in das Wirbelbett mittels einer Düse einsprüht, die mindestens einen zusätzlichen Düsenkanal für Druckluft, insbesondere Dralluft, zur feinen Verneblung der Tensid-Zubereitungsform aufweist
11. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 10, **dadurch gekennzeichnet, dass** man eine Düse mit einem Luftverbrauch von 0,5 bis 1,3 kg Luft/kg Flüssigkeit bei einem Flüssigkeits-Durchsatz von 150 bis 850 kg/h einsetzt.
12. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 11, **dadurch gekennzeichnet, dass** man die Tensid-Zubereitungsform mittels Düsen einsprüht, die an der Innenseite der Seitenwand des Wirbelschichtapparates angeordnet sind, wobei

die Zuleitungen für die Düsen außerhalb des Winelschichtapparates verlaufen.

Claims

- 5
1. Process for the preparation of washing- and cleaning-active surfactant-containing granules with a bulk density above 500 g/l from a surfactant preparation form which has a non-surface-active liquid component, in particular water, and which, at atmospheric pressure and temperatures between 20 and 80°C, is in liquid to paste form, by granulation and simultaneous drying in a fluidized bed above an inflow base provided with openings for the fluidization gas, in particular fluidization air, where the term drying means the partial or complete removal of the non-surface-active liquid component, **characterized in that** the openings are covered by a grid having a mesh size of less than 600 µm.
- 10
2. Process according to the preceding claim, **characterized in that** the mesh size of the grid is between 200 and 400 µm.
- 15
3. Process according to one of the preceding claims, **characterized in that** the upper side of the inflow base is cleaned during continuous operation by means of a slider, grater or the like.
4. Process according to one of the preceding claims, The p the inflow base used has a pressure loss of at most 10 mbar and in particular at most 6 mbar.
- 20
5. Process according to one of the preceding claims, **characterized in that** the resulting granules are classified according to the desired particle size range by screening, wherein the undersize particles obtained during screening are returned to the fluidized bed, the oversize particles which are above the desired particle size but below a predetermined size are ground and likewise returned to the fluidized bed, and the oversize particles which are above the predetermined size are collected, cooled and only then ground and returned to the fluidized bed.
- 25
6. Process according to the preceding Claim 5, **characterized in that** the predetermined particle size is about 10 mm.
7. Process according to one of Claims 1 to 6, **characterized in that** the surfactant preparation form used has a surfactant concentration of from 35 to 95% by weight.
- 30
8. Process according to one of Claims 1 to 7, **characterized in that** 1 to 90% by weight, in particular 2 to 80% by weight, of nucleating material, based on the product output, are added to the fluidized bed during the continuous process.
- 35
9. Process according to one of Claims 1 to 8, **characterized in that** the product drawn off from the fluidized bed is cooled with air which is at a temperature of 5 to 8°C.
- 40
10. Process for the preparation of washing- and cleaning-active surfactant-containing granules according to one of Claims 1 to 9, **characterized in that** the surfactant preparation form is sprayed into the fluidized bed by means of a nozzle which has at least one additional nozzle channel for compressed air, in particular swirled air, to finely nebulize the surfactant preparation form.
- 45
11. Process according to Claims 1 to 10, **characterized in that** a nozzle with an air consumption of from 0.5 to 1.3 kg of air/kg of liquid at a liquid throughput of from 150 to 850 kg/h is used.
- 50
12. Process according to Claims 1 to 11, **characterized in that** the surfactant preparation form is sprayed in by means of nozzles arranged on the inside of the side wall of the fluidized bed apparatus, where the feed lines for the nozzles run outside the fluidized bed apparatus.

Revendications

- 55
1. Procédé de préparation de granulats à base de tensio-actifs, actifs pour le lavage et le nettoyage, ayant une densité apparente supérieure à 500 g/l, à partir d'une forme de préparation de tensio-actif qui présente un composant liquide non tensio-actif, en particulier de l'eau, et qui à la pression normale et à des températures de 20 à 80°C, se présente sous forme fluide à pâteuse, par granulation et séchage simultané dans un lit fluidisé au-dessus d'un fond de

EP 1 032 641 B1

soufflage muni d'ouvertures de passage pour le gaz tourbillonnant, en particulier l'air tourbillonnant, le séchage signifiant l'élimination partielle ou totale du composant fluide non tensio-actif,

caractérisé en ce que

les ouvertures de passage sont recouvertes d'une grille ayant une largeur de mailles inférieure à 600 μm .

- 5
2. Procédé selon la revendication précédente,
caractérisé en ce que
la largeur de mailles de la grille est comprise entre 200 à 400 μm .
- 10
3. Procédé selon l'une des revendications précédentes,
caractérisé en ce qu'
on nettoie la face supérieure du fond de soufflage en cours de fonctionnement au moyen d'un coulisseau, d'un racloir ou similaire.
- 15
4. Procédé selon l'une des revendications précédentes,
caractérisé en ce que
le fond de soufflage utilisé a une perte de charge de 10 mbar maximum et en particulier de 6 mbar maximum.
- 20
5. Procédé selon l'une des revendications précédentes,
caractérisé en ce qu'
on tamise les granulats obtenus pour les classer en fonction de la gamme de granulométrie voulue, on recycle dans le lit fluidisé les déclassés inférieurs obtenus par le tamisage, on broie les déclassés supérieurs situés au-dessus d'une granulométrie voulue, mais en dessous d'une granulométrie prédéterminée et on les recycle également dans le lit fluidisé, et on rassemble les déclassés supérieurs situés au-dessus de la granulométrie prédéterminée on les refroidit et seulement ensuite on les broie et on les recycle dans le lit fluidisé.
- 25
6. Procédé selon la revendication 5,
caractérisé en ce que
la granulométrie prédéterminée est d'approximativement 10 mm.
- 30
7. Procédé selon l'une des revendications 1 à 6,
caractérisé en ce que
la forme de préparation de tensio-actif utilisée a une concentration en tensio-actif de 35 à 95 % en poids.
- 35
8. Procédé selon l'une des revendications 1 à 7,
caractérisé en ce qu'
on amène au lit fluidisé en cours de procédé de 1 à 90 % en poids, en particulier de 2 à 80 % en poids de matière contenant des germes par rapport au débit de produit.
- 40
9. Procédé selon l'une des revendications 1 à 8,
caractérisé en ce qu'
on refroidit le produit extrait du lit fluidisé avec de l'air tempéré à 5 à 8°C.
- 45
10. Procédé de préparation de granulats à base de tensio-actif, actifs pour le lavage et le nettoyage, selon l'une des revendications 1 à 9,
caractérisé en ce qu'
on pulvérise la forme de préparation de tensio-actif dans le lit fluidisé au moyen d'une buse qui présente au moins un canal supplémentaire de buse pour de l'air comprimé, en particulier de l'air tourbillonnant, pour atomiser finement la forme de préparation de tensio-actif.
- 50
11. Procédé selon l'une des revendications 1 à 10,
caractérisé en ce qu'
on utilise une buse avec une consommation d'air de 0,5 à 1,3 kg d'air par kg de liquide à un débit de liquide de 150 à 850 kg/h.
- 55
12. Procédé selon les revendications 1 à 11,
caractérisé en ce qu'
on pulvérise la forme de préparation de tensio-actif au moyen de buses disposées sur la face intérieure de la paroi

EP 1 032 641 B1

latérale de l'appareil à lit fluidisé, les conduites allant aux buses s'étendant en dehors de cet appareil.

5

10

15

20

25

30

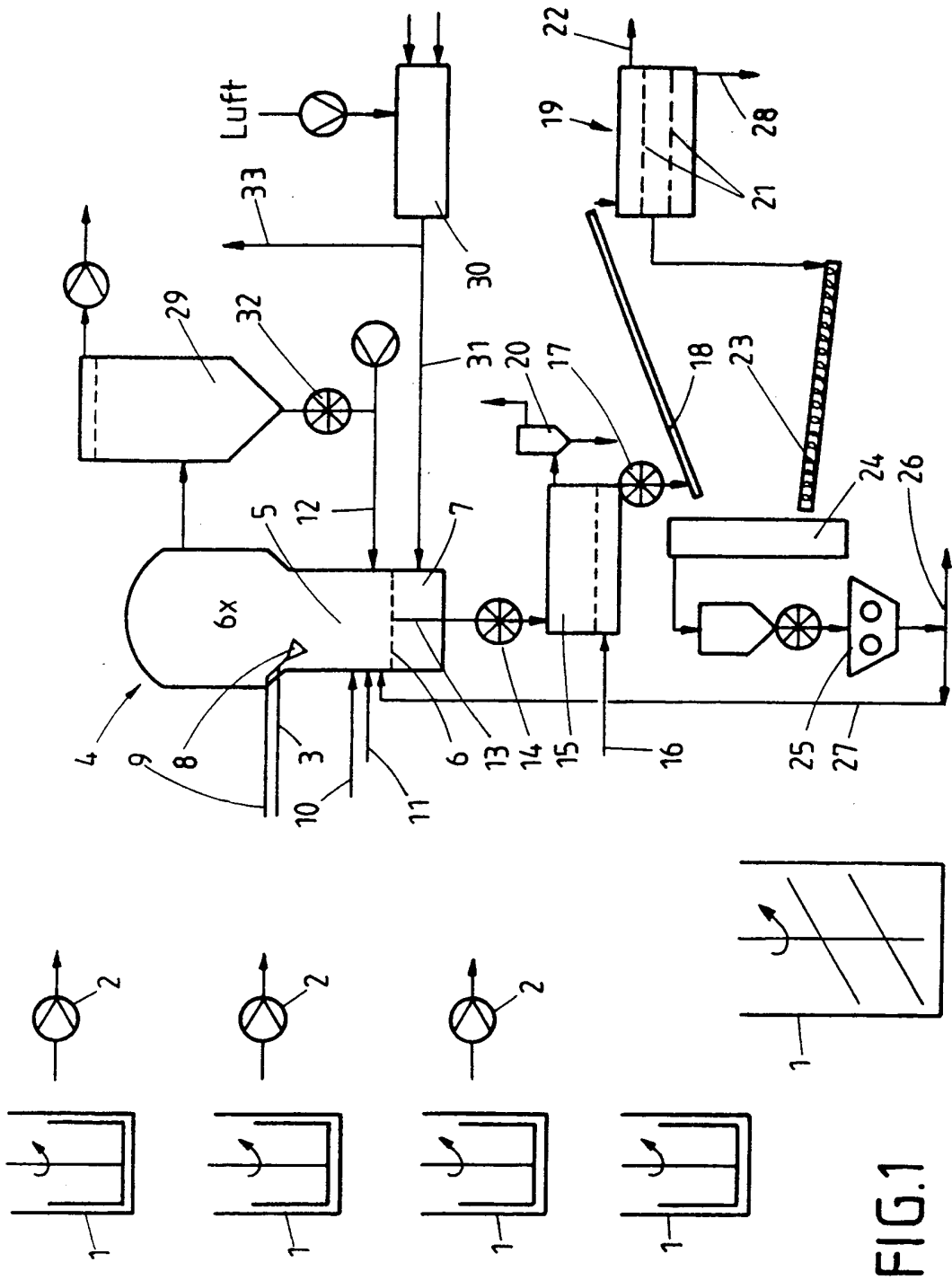
35

40

45

50

55



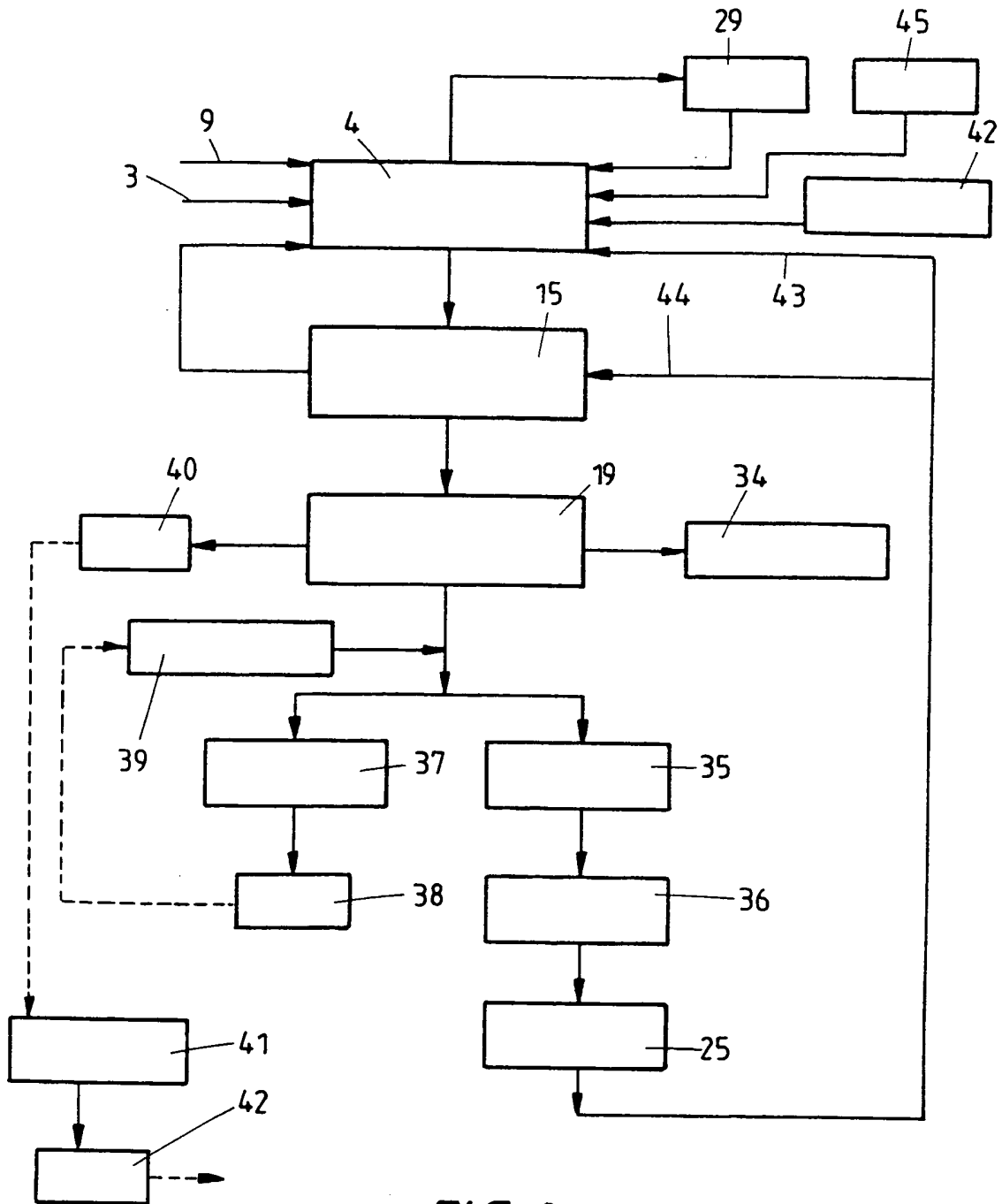


FIG. 2