

【公報種別】特許法第 17 条の 2 の規定による補正の掲載

【部門区分】第 3 部門第 3 区分

【発行日】平成20年6月5日 (2008.6.5)

【公表番号】特表2007-532731 (P2007-532731A)

【公表日】平成19年11月15日 (2007.11.15)

【年通号数】公開・登録公報2007-044

【出願番号】特願2007-507724 (P2007-507724)

【国際特許分類】

C 1 1 D 11/00 (2006.01)

C 1 1 D 1/62 (2006.01)

C 1 1 D 3/12 (2006.01)

C 1 1 D 3/20 (2006.01)

C 1 1 D 3/22 (2006.01)

C 1 1 D 3/37 (2006.01)

C 1 1 D 17/06 (2006.01)

B 0 1 J 2/16 (2006.01)

B 0 1 J 2/04 (2006.01)

【 F I 】

C 1 1 D 11/00

C 1 1 D 1/62

C 1 1 D 3/12

C 1 1 D 3/20

C 1 1 D 3/22

C 1 1 D 3/37

C 1 1 D 17/06

B 0 1 J 2/16

B 0 1 J 2/04

【手続補正書】

【提出日】平成20年4月9日 (2008.4.9)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 0 4

【補正方法】変更

【補正の内容】

【 0 0 0 4 】

国際特許出願公開第 9 6 / 1 7 0 4 2 号明細書には、カチオン性界面活性剤、アニオン性界面活性剤およびアニオン性ポリマーよりなる水溶液を混合し、界面活性剤 > 5 0 重量 % の水溶液に蒸発によって濃縮しそしてビルダーとの混合によって顆粒化することによって得られる顆粒状界面活性剤調製物を開示している。この顆粒化に場合によっては乾燥段階を後続させて行う。国際特許出願公開第 9 8 / 5 3 0 3 7 号明細書では、カチオン性界面活性剤が好ましくは珪酸ナトリウムと混合して噴霧塔で乾燥されている。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 0 7

【補正方法】変更

【補正の内容】

【 0 0 0 7 】

本発明の対象は、洗剤および洗浄剤の添加物として適する第四ヒドロキシアルキルアン

モニウム顆粒を製造する方法において、

- a) 第四ヒドロキシアルキルアンモニウム化合物
- b) 担体材料および
- c) 場合によってはバインダーおよび / または他の添加物

を含有する水溶液および水性懸濁物（スラリー）を流動床装置中に噴霧導入し、その際に該流動床が噴霧導入される水溶液または水性懸濁物と同じ組成の顆粒よりなることを特徴とする、上記方法に関する。

【手続補正 3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0072

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0072】

被覆物質を適用するためには混合機（機械的に誘導される流動床）および流動床装置（空気力学的に誘導される流動床）が使用される。混合機としては例えばすきの刃型ミキサー（連続型およびバッチ型）、輪層式ミキサー（annular layer mixers）またはシウギ式ミキサー（Schugi-Mischer）が可能である。混合機を使用する際に熱処理は顆粒予備加熱機および / または混合機中で直接におよび / または混合機の下流の流動床で行うことができる。被覆された顆粒を冷却するためには顆粒用冷却器または流動床用冷却器を使用することができる。流動床装置の場合には熱処理を、流動させるために使用される熱いガスによって行う。流動床法によって被覆された顆粒は混合機法の場合と同様に顆粒用冷却機または流動床用冷却機に通して冷却することができる。混合機法も流動床法もコーティング物質を一成分型または二成分型ノズル装置によって噴霧することができる。

【手続補正 4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0099

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0099】

バインダーなしでの実験室顆粒化：

1.1) 噴霧用スラリーの製造：

第一段階で500gの40%濃度のC_{12/14}-アルキルジメチルヒドロキシエチルアンモニウム-クロライド水溶液（クラリアント社のPrapagen HY）を300gのゼオライトP（Ineos社のDoucil A 24）と室温でUltra-Turrax（R）で混合しそして均一化する。約5分の混合時間内に、攪拌でき且つポンプ搬送可能な均一な懸濁物を製造する。このものは攪拌なしでも沈降物は認められない。混合工程の間に24 から約30～33 への僅かな温度上昇が確認できた。この様に製造された懸濁物は約62.5%の高い固形分含有量を有しており、蠕動式ポンプを用いて室温で問題なく搬送できそして二成分用ノズルによって霧状にすることができる。

1.2) 最初に導入する生成物の製造

顆粒法を実施できるためには、有効物質溶液を噴霧することができる流動床用物質が必要である。特に方法を実施し始めるために一般に適当な流動床物質は未だ使用できない。それ故に実施例1.1)に従うスラリーのバッチは乾燥室（約100）で乾燥しそして次に後処理する。乾燥された物質はこの目的のために篩に通され、微細乃至粒子状生成物が通過する。従って顆粒化実験のために<1400 μmの粒度の出発物質（100～250g）が得られる。

1.3) 流動床顆粒化：

実験室実験のために、D = 150 mmの流入口径を有するGlatt社のGPCG 1.1タイプのバッチ運転用実験室流動床を使用し、その際に噴霧ノズルは流動床に下方から噴霧する。実施例1.2)に従う乾燥生成物を流動床装置に最初に導入する。続く実験では何れの場合に

も予めの顆粒化実験からの微細生成物も使用する。二成分用ノズルを通して、熱処理していないスラリーを動く流動床に下方から噴霧する。蠕動式ポンプで搬送される噴霧用液の量ははかりによって重量を確かめる。流動床材料を流動させるガス流容積は約 25 m^3 / 時である。入口空気温度は約 $93 \sim 95$ に調整する。約 $7 \sim 9 \text{ g / 分}$ のスラリー噴霧効率に調整することで温度は約 $70 \sim 74$ の流動床温度に調節され、その際にこの温度水準が安定して維持される。この運転条件で約 $65 \sim 69$ の出口空気温度が達成される。