(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro

(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
11. Dezember 2003 (11.12.2003)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 03/101940 A2

(51) Internationale Patentklassifikation[7]: C07C 255/00

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP03/05346

(22) Internationales Anmeldedatum:
22. Mai 2003 (22.05.2003)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:
102 24 509.6 31. Mai 2002 (31.05.2002) DE
102 50 254.4 28. Oktober 2002 (28.10.2002) DE

(71) Anmelder *(für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US)*: **HENKEL KOMMANDITGESELLSCHAFT AUF AKTIEN** [DE/DE]; Henkelstrasse 67, 40589 Düsseldorf (DE).

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder *(nur für US)*: **SPECKMANN, Horst-Dieter** [DE/DE]; Eichenfeldstrasse 24a, 40764 Langenfeld (DE). **ASSMANN, Georg** [DE/DE]; Dechant-Königs-Strasse 9, 41363 Jüchen (DE). **LAHN, Wolfgang** [DE/DE]; Steinstrasse 112, 47877 Willich (DE). **POETHKOW, Jörg** [DE/DE]; Macherscheiderstrasse 24, 41468 Neuss (DE). **MIDDELHAUVE, Birgit** [DE/DE]; Robert-Koch-Strasse 24, 40789 Monheim (DE). **BLASEY, Gerhard** [DE/DE]; Fürstenberger Strasse 21, 40599 Düsseldorf (DE). **WERNER, Helga** [DE/DE]; Walter-Rathenau-Strasse 8, 40589 Düsseldorf (DE). **LUSSE, Michael** [DE/DE]; Fürstenbergerstrasse 21, 40599 Düsseldorf (DE).

(81) Bestimmungsstaaten *(national)*: AU, BR, CA, CN, DZ, ID, IL, IN, JP, KR, MX, PL, RU, SG, UA, US, ZA.

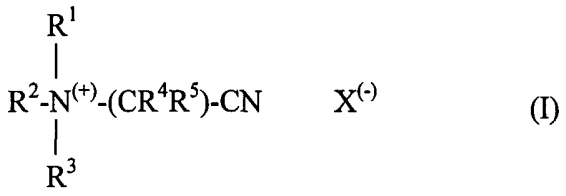
(84) Bestimmungsstaaten *(regional)*: europäisches Patent (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI, SK, TR).

Veröffentlicht:
— *ohne internationalen Recherchenbericht und erneut zu veröffentlichen nach Erhalt des Berichts*

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.

(54) Title: DEODORISATION OF CATIONIC ACETONITRILE DERIVATIVES

(54) Bezeichnung: DESODORIERUNG VON KATIONISCHEN ACETONITRILDERIVATEN



(I)

(57) Abstract: The aim of the invention is to prevent the appearance of odour-intensive minor constituents during the production and storage of solutions of cationic nitriles of general formula (I) wherein R^1 represents -H, $-CH_3$, a C_{2-24} alkyl or alkenyl radical, a substituted C_{2-24} alkyl or alkenyl radical comprising at least one substituent from the group -Cl, -Br, -OH, $-NH_2$, -CN, an alkyl or alkenylaryl radical comprising a C_{1-24} alkyl group, or a substituted alkyl or alkenylaryl radical comprising a C_{1-24} alkyl group and at least one other substituent on the aromatic ring; R^2 and R^3 are independently selected from $-CH_2-CN$, $-CH_3$, $-CH_2-CH_3$, $-CH_2-CH_2-CH_3$, $-CH(CH_3)-CH_3$, $-CH_2-OH$, $-CH_2-CH_2-OH$, $-CH(OH)-CH_3$, $-CH_2-CH_2-CH_2-OH$, $-CH_2-CH(OH)-CH_3$, $-CH(OH)-CH_2-CH_3$, $-(CH_2CH_2-O)_nH$ wherein n = 1, 2, 3, 4, 5 or 6; R^4 and R^5 independently have one of the previously cited designations for R^1, R^2 or R^3; and X represents a charge-compensating anion. To this end, a combination of a percarboxylic acid, a carboxylic acid and hydrogen peroxide is reacted.

(57) Zusammenfassung: Bei der Herstellung und der Lagerung von Lösungen kationischer Nitrile der allgemeinen Formel (I) in der R^1 für -H, $-CH_3$, einen C_{2-24}-Alkyl- oder -Alkenylrest, einen substituierten C_{2-24}-Alkyl- oder -Alkenylrest mit mindestens einem Substituenten aus der Gruppe -Cl, -Br, -OH, $-NH_2$, -CN, einen Alkyl- oder Alkenylarylrest mit einer C_{1-24}-Alkylgruppe, oder für einen substituierten Alkyl- oder Alkenylarylrest mit einer C_{1-24}-Alkylgruppe und mindestens einem weiteren Substituenten am aromatischen Ring steht, R^2 und R^3 unabhängig voneinander ausgewählt sind aus $-CH_2-CN$, $-CH_3$, $-CH_2-CH_3$, $-CH_2-CH_2-CH_3$, $-CH(CH_3)-CH_3$, $-CH_2-OH$, $-CH_2-CH_2-OH$, $-CH(OH)-CH_3$, $-CH_2-CH_2-CH_2-OH$, $-CH_2-CH(OH)-CH_3$, $-CH(OH)-CH_2-CH_3$, $-(CH_2CH_2-O)_nH$ mit n = 1, 2, 3, 4, 5 oder 6, R^4 und R^5 unabhängig voneinander eine voranstehend für R^1, R^2 oder R^3 angegebene Bedeutung haben und X ein ladungsausgleichendes Anion ist, sollte das Auftreten geruchsintensiver Minderbestandteile vermieden werden. Dies gelingt durch das Einwirkenlassen einer Kombination aus einer Percarbonsäure, einer Carbonsäure und Wasserstoffperoxid.

WO 03/101940 A2

Desodorierung von kationischen Acetonitrilderivaten

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Desodorierung von bestimmten Bleichaktivatoren aus der Gruppe der kationischen Nitrile.

Aus der europäischen Patentanmeldung EP 0 464 880 sind kationische Nitrile der allgemeinen Formel $R'R''R'''N^+$-CR_1R_2-CN X^- bekannt, in der R_1 und R_2 Wasserstoff oder ein Substituent mit mindestens einem C-Atom, R' eine C_{1-24}-Alkyl-, Alkenyl- oder Alkylethergruppe oder eine Gruppe -CR_1R_2-CN, und R'' sowie R''' jeweils eine C_{1-24}-Alkyl- oder Hydroxyalkylgruppe ist und das Gegenanion X^- ein organisches Sulfonat, ein organisches Sulfat oder ein Carboxylat ist. Diese Verbindungen werden als bleichverstärkende Wirkstoffe für den Einsatz in Waschmitteln vorgeschlagen. Sie wirken bleichverstärkend in dem Sinne, daß sie mit anwesendem Wasserstoffperoxid zu einer Perimidsäure reagieren, welche eine stärkere Bleichwirkung aufweist als das Wasserstoffperoxid.

Die Herstellung derartiger Verbindungen erfolgt normalerweise durch Umsetzung von Aldehyden oder Ketonen (je nach den Resten R_1 und R_2) mit einem sekundären Amin (wobei sich am Stickstoffatom die Reste R'' und R''' befinden) und einem Alkalicyanid. Das so erhaltene Aminonitril wird anschließend durch Umsetzung mit einem Alkylierungsagenz bzw. Alkenylierungsagenz (je nach dem Rest R'), beispielsweise Dimethylsulfat, am Stickstoffatom der Aminogruppe quaternisiert, wobei in der Regel aus dem Alkylierungsagenz auch das Gegenanion X^- resultiert. Gewünschtenfalls kann anschließend dieses Gegenanion, welches üblicherweise Chlorid, Sulfat, Hydrogensulfat oder Methylsulfat ist, durch Lösungs-Ionenaustausch in ein anderes Gegenanion, beispielsweise ein Carboxylat, Benzolsulfonat oder längerkettiges Alkylsulfat, ausgetauscht werden, wodurch sich bekanntlich die Stabilität der Verbindung erhöhen kann. Die genannte Patentanmeldung EP 0 464 880 schlägt vor, den Anionenaustausch in methanolischer oder isopropanolischer Lösung durchzuführen. Aus der internationalen

Patentanmeldung WO 02/12175 ist bekannt, daß man den Austausch der Anionen auch in Gegenwart von Wasser bei erhöhter Temperatur durchführen kann.

Als Ergebnis liegt die Zielverbindung, das kationische Nitril, in Wasser oder gegebenenfalls organischem Lösungsmittel vor und kann in dieser Form für bleichaktivierende Zwecke eingesetzt werden. Vorteilhafterweise wird es insbesondere für den Einsatz in teilchenförmigen Wasch- oder Reinigungsmitteln jedoch zuvor in eine zudem lagerstabilere Teilchenform überführt, was in seiner einfachsten Form durch Entfernen des Lösungsmittels geschehen kann, aber normalerweise einen Granulations- und/oder Umhüllungsschritt mit einschließt. Die Herstellung von Granulaten, die ein bleichaktivierendes kationisches Nitril und gegebenenfalls Trägermaterial und/oder eine Umhüllungsschicht aufweisen, ist beispielsweise aus den deutschen Patentanmeldungen DE 197 40 669, DE 197 40 671, DE 100 38 086, DE 100 38 823, DE 100 38 845 oder DE 100 49 237 bekannt.

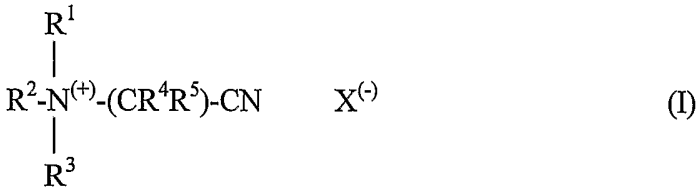
Nach Herstellung der Zielverbindung kann es vorteilhaft sein, wirksubstanzhaltige Lösungen oder Teilchen geruchlich zu verbessern. Als mögliche Geruchsverursacher können zum Beispiel bei der Synthese eingesetzte Edukte, die weiterhin als Verunreinigungen gemeinsam mit der Zielverbindung vorliegen können, in Frage kommen.

Die vorliegende Erfindung will hier Abhilfe schaffen durch einen Behandlungsschritt, welcher zuverlässig das Auftreten des Geruches verhindert oder diesen zumindest unter die Wahrnehmbarkeitsschwelle absenkt.

Übliche Verfahren zur Abtrennung flüchtiger Komponenten, wie beispielsweise die Wasserdampfdestillation unter gegebenenfalls vermindertem Druck, führen nicht ohne weiteres zum Erfolg oder bedürfen eines unannehmbar langen Zeitaufwandes.

Überraschenderweise wurde gefunden, daß durch den Einsatz bestimmter Oxidationsmittel eine Desodorierung leicht und zuverlässig möglich ist.

Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Desodorierung wasserhaltiger Lösungen von Verbindungen der allgemeinen Formel I,



(I)

in der R^1 für -H, $-CH_3$, einen C_{2-24}-Alkyl- oder -Alkenylrest, einen substituierten C_{2-24}-Alkyl- oder -Alkenylrest mit mindestens einem Substituenten aus der Gruppe -Cl, -Br, -OH, $-NH_2$, -CN, einen Alkyl- oder Alkenylarylrest mit einer C_{1-24}-Alkylgruppe, oder für einen substituierten Alkyl- oder Alkenylarylrest mit einer C_{1-24}-Alkylgruppe und mindestens einem weiteren Substituenten am aromatischen Ring steht, R^2 und R^3 unabhängig voneinander ausgewählt sind aus $-CH_2-CN$, $-CH_3$, $-CH_2-CH_3$, $-CH_2-CH_2-CH_3$, $-CH(CH_3)-CH_3$, $-CH_2-OH$, $-CH_2-CH_2-OH$, $-CH(OH)-CH_3$, $-CH_2-CH_2-CH_2-OH$, $-CH_2-CH(OH)-CH_3$, $-CH(OH)-CH_2-CH_3$, $-(CH_2CH_2-O)_nH$ mit n = 1, 2, 3, 4, 5 oder 6, R^4 und R^5 unabhängig voneinander eine voranstehend für R^1, R^2 oder R^3 angegebene Bedeutung haben und X ein ladungsausgleichendes Anion ist, durch Einwirkenlassen einer Kombination aus einer Percarbonsäure, einer Carbonsäure und Wasserstoffperoxid.

Die genannte Kombination wird vorzugsweise in wäßriger Lösung, die normalerweise 30 Gew.-% bis 80 Gew.% Wasser enthält, aber gewünschtenfalls auch konzentrierter oder verdünnter sein kann, eingesetzt.

Bevorzugte Percarbonsäuren sind Perameisensäure, Peressigsäure, Perpropionsäure, Perbenzoesäure und/oder substituierte Derivate von diesen, wie zum Beispiel m-Chlorperbenzoesäure. Zu den bevorzugten Carbonsäuren gehören Ameisensäure, Essigsäure, Propionsäure, Benzoesäure, Fumarsäure, Maleinsäure und/oder Adipinsäure, wobei auch bei diesen ihre substituierten Derivate zum Einsatz kommen können. Weiterhin bevorzugt ist, wenn in der Kombination die der eingesetzten Carbonsäure entsprechende Percarbonsäure enthalten ist, beispielsweise die Kombination aus Ameisensäure und Perameisensäure oder die Kombination aus Essigsäure und Peressigsäure. Die Herstellung derartiger Desodorierungskombinationen kann in einfacher

Weise durch Vermischen von wäßriger Wasserstoffperoxid-Lösung, vorzugsweise mit einer Konzentration zwischen etwa 30 Gew.-% und etwa 70 Gew.-%, mit der gewünschten Carbonsäure, die in wäßriger Lösung, vorzugsweise mit einer Konzentration über 50 Gew.-%, oder wasserfrei vorliegen kann, gegebenenfalls unter Zusatz eines Stabilisators erfolgen. An Stelle der Carbonsäure können gewünschtenfalls auch Derivate, zum Beispiel Anhydride oder Säurechloride, verwendet werden. Das Mengenverhältnis zwischen Carbonsäure und Wasserstoffperoxid kann in weiten Grenzen mit der Maßgabe, daß der Anteil an freiem Wasserstoffperoxid in der für den Gebrauch vorgesehenen Lösung möglichst gering ist, variiert werden. Bevorzugt werden Lösungen mit einem Gewichtsverhältnis von Carbonsäure zu Wasserstoffperoxid von etwa 8 : 1 bis etwa 30 : 1 oder von etwa 0,5 : 1 bis etwa 1 : 1, bezogen auf wasserfreien Gehalt. Aus der Carbonsäure und Wasserstoffperoxid bildet sich Percarbonsäure gemäß der Gleichung $R\text{-}CO_2H + H_2O_2 \rightarrow R\text{-}CO_3H + H_2O$. Die angesetzten Mischungen werden vorzugsweise nicht direkt eingesetzt, sondern zuvor gelagert, so daß sich nach der angegebenen Reaktionsgleichung und deren Rückreaktion ein dem Gleichgewicht entsprechender Gehalt an Percarbonsäure und Carbonsäure einstellen kann (sogenannte "Gleichgewichtspersäure"). Die Bildung der Percarbonsäure kann, sofern man dies wünscht, durch die Zugabe einer geringen Menge (beispielsweise 0,1 Gew.-% bis 1 Gew.-% bezogen auf die wäßrige Mischung) einer Mineralsäure, zum Beispiel Schwefelsäure, katalytisch beschleunigt werden. Durch die Zugabe von Wasser kann in einfachster Weise die Konzentration an Carbonsäure und im Rahmen der geschilderten Gleichgewichtsreaktion auch die Konzentration an Percarbonsäure in der Lösung variiert werden.

Das erfindungsgemäße Verfahren verwendet vorzugsweise wäßrige Desodorierungskombinationen, deren Konzentrationen an Carbonsäure etwa 15 Gew.-% bis 60 Gew.-%, insbesondere etwa 15 Gew.-% bis 30 Gew.-% oder etwa 40 Gew.-% bis 60 Gew.-%, an Percarbonsäure etwa 3 Gew.-% bis 10 Gew.-%, insbesondere von 2 Gew.-% bis 5 Gew.-%, und/oder an Wasserstoffperoxid bis zu 30 Gew.-%, insbesondere 0,1 Gew.-% bis 25 Gew.-%, besonders bevorzugt etwa 0,5 Gew.-% bis 3 Gew.-%, jeweils bezogen auf wasserfreien Gehalt, betragen. Neben Wasser und dem erwähnten geringen herstellungsbedingten optionalen Mineralsäureanteil kann die Desodorierungs-

kombination gewünschtenfalls Stabilisatoren, d.h. insbesondere Verbindungen, die Schwermetallionen komplex zu binden vermögen und die Zersetzung der Persauerstoffverbindungen verhindern, enthalten. Vorzugsweise werden dafür Phosphonsäuren oder Polyphosphonsäuren verwendet. Solche Komplexbildner sind zum Beispiel Dimethylaminomethandiphosphonsäure, 3-Aminopropan-1-hydroxy-1,1-diphosphonsäure, 1-Amino-1-phenyl-methandiphosphonsäure, 1-Hydroxyethan-1,1-diphosphonsäure, Aminotris(methylenphosphonsäure), N,N,N',N'-Ethylendiamin-tetrakis(methylenphosphonsäure) und die in der deutschen Auslegeschrift DE 11 07 207 beschriebenen acylierten Derivate der phosphorigen Säure. Der Anteil an Stabilisatoren in den Desodorierungskombinationslösungen des erfindungsgemäßen Verfahrens liegt meist nicht über 3 Gew.-%, bevorzugt ist der Bereich von 0,01 Gew.-% bis 2 Gew.-%.

Das erfindungsgemäße Desodorierungsverfahren wird vorzugsweise bei Raumtemperatur oder bei gering darüber liegenden Temperaturen von beispielsweise bis zu 30 °C ausgeführt. Durch die Reaktionswärme kann die Temperatur auch über 60 °C erreichen. Die Desodorierungskombination wirkt dabei normalerweise so lange ein, bis die in ihr enthaltenen Wirkstoffe abreagiert beziehungsweise zerfallen sind, d.h. sie wird in der Regel nicht wieder aus der Lösung des kationischen Nitrils entfernt.

Als Anhaltspunkt für die benötigten Mengenverhältnisse kann dienen, daß eine Menge von 1 Gew.-Teil bis 2 Gew.-Teilen einer 50 Gew.-% Wasser enthaltenden Gleichgewichtspercarbonsäure normalerweise völlig ausreichend ist, um 100 Gew.-Teile einer gleich konzentrierten wäßrigen Lösung des kationischen Nitrils einwandfrei zu desodorieren. Falls die zu desodoriende Lösung des kationischen Nitrils nicht bereits herstellungsbedingt einen sauren pH-Wert im Bereich von vorzugsweise pH 3 bis pH 5 aufweist, kann sie durch Zugabe systemverträglicher Säuren, beispielsweise Schwefelsäure, auf entsprechende Werte eingestellt werden.

Der Fachmann kann gewünschtenfalls übliche Verfahrensschritte zur Entfernung leicht flüchtiger Substanzen, beispielsweise die erwähnte Wasserdampfdestillation, zusätzlich zu dem erfindungsgemäßen Desodorierungsverfahren ohne weiteres anwenden, wobei sie sich an das erfindungsgemäße Verfahren anschließen oder diesem vorausgehen können.

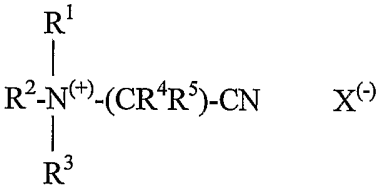
Das erfindungsgemäße Desodorierungsverfahren wird bevorzugt auf Verbindungen gemäß Formel I angewendet, in denen R^1, R^2 und R^3 gleich sind. Unter diesen sind solche Verbindungen bevorzugt, in denen die genannten Reste Methylgruppen bedeuten. Andererseits sind auch solche Verbindungen bevorzugt, bei denen mindestens 1 oder 2 der genannten Reste Methylgruppen sind und die anderen mehrere C-Atome aufweisen. Zu den Anionen X^- der Verbindungen gemäß Formel I gehören insbesondere die Halogenide wie Chlorid, Fluorid, Iodid und Bromid, Nitrat, Hydroxid, Phosphat, Hydrogenphosphat, Dihydrogenphosphat, Pyrophosphat, Metaphosphat, Hexafluorophosphat, Carbonat, Hydrogencarbonat, Sulfat, Hydrogensulfat, C_{1-20}-Alkylsulfat, C_{1-20}-Alkylsulfonat, gegebenenfalls C_{1-18}-alkylsubstituiertes Arylsulfonat, Chlorat, Perchlorat und/oder die Anionen von C_{1-24}-Carbonsäuren wie Formiat, Acetat, Laurat, Benzoat oder Citrat, allein oder in beliebigen Mischungen. Bevorzugt sind Verbindungen gemäß Formel I, in denen X^- Chlorid, Sulfat, Hydrogensulfat, Ethosulfat, $C_{12/18}$-, $C_{12/16}$- oder $C_{13/15}$-Alkylsulfat, Laurylsulfat, Dodecylbenzolsulfonat, Toluolsulfonat, Cumolsulfonat, Xylolsulfonat oder Methosulfat oder Mischungen aus diesen ist. Unter Toluolsulfonat beziehungsweise Cumolsulfonat werden dabei das Anion des *ortho*-, *meta*- oder *para*-Isomeren der Methylbenzolsulfonsäure beziehungsweise der Isopropylbenzolsulfonsäure und beliebige Mischungen aus diesen verstanden. *Para*-Isopropylbenzolsulfonsäure ist besonders bevorzugt.

Anschließend an das erfindungsgemäße Desodorierungsverfahren kann das kationische Nitril gemäß Formel I in im Prinzip bekannter Weise zu Pulvern, Kompaktaten beziehungsweise Granulaten weiterverarbeitet werden. Die bleichaktivierende Wirkung des Acetonitril-Derivats gemäß Formel I wird durch das erfindungsgemäße Desodorierungsverfahren in keiner Weise negativ beeinflußt.

Ein gemäß dem erfindungsgemäßen Verfahren desodoriertes Acetonitril-Derivat gemäß Formel I wird in Wasch- oder Reinigungsmitteln vorzugsweise in Mengen von 0,5 Gew.-% bis 10 Gew.-%, insbesondere von 1 Gew.-% bis 7 Gew.-% eingesetzt.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Desodorierung wasserhaltiger Lösungen von Verbindungen der allgemeinen Formel I,



(I)

in der R^1 für -H, $-CH_3$, einen C_{2-24}-Alkyl- oder -Alkenylrest, einen substituierten C_{2-24}-Alkyl- oder -Alkenylrest mit mindestens einem Substituenten aus der Gruppe -Cl, -Br, -OH, $-NH_2$, -CN, einen Alkyl- oder Alkenylarylrest mit einer C_{1-24}-Alkylgruppe, oder für einen substituierten Alkyl- oder Alkenylarylrest mit einer C_{1-24}-Alkylgruppe und mindestens einem weiteren Substituenten am aromatischen Ring steht, R^2 und R^3 unabhängig voneinander ausgewählt sind aus $-CH_2-CN$, $-CH_3$, $-CH_2-CH_3$, $-CH_2-CH_2-CH_3$, $-CH(CH_3)-CH_3$, $-CH_2-OH$, $-CH_2-CH_2-OH$, $-CH(OH)-CH_3$, $-CH_2-CH_2-CH_2-OH$, $-CH_2-CH(OH)-CH_3$, $-CH(OH)-CH_2-CH_3$, $-(CH_2CH_2-O)_nH$ mit n = 1, 2, 3, 4, 5 oder 6, R^4 und R^5 unabhängig voneinander eine voranstehend für R^1, R^2 oder R^3 angegebene Bedeutung haben und X ein ladungsausgleichendes Anion ist, durch Einwirkenlassen einer Kombination aus einer Percarbonsäure, einer Carbonsäure und Wasserstoffperoxid.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man die Kombination in wäßriger Lösung, die 30 Gew.-% bis 80 Gew.% Wasser enthält, einsetzt.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Percarbonsäure Perameisensäure, Peressigsäure, Perpropionsäure, Perbenzoesäure und/oder ein substituiertes Derivat von diesen ist.

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Carbonsäure Ameisensäure, Essigsäure, Propionsäure, Benzoesäure, Fumarsäure, Maleinsäure und/oder Adipinsäure ist.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß in der Kombination die der eingesetzten Carbonsäure entsprechende Percarbonsäure enthalten ist.

6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß die wäßrige Desodorierungskombination eine Konzentration an Carbonsäure von 15 Gew.-% bis 60 Gew.-% aufweist.

7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß die wäßrige Desodorierungskombination eine Konzentration an Percarbonsäure von 3 Gew.-% bis 10 Gew.-% , insbesondere von 2 Gew.-% bis 5 Gew.-% aufweist

8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß die wäßrige Desodorierungskombination eine Konzentration an Wasserstoffperoxid bis zu 30 Gew.-%, insbesondere von 0,1 Gew.-% bis 25 Gew.-% aufweist.

9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß in der Verbindung gemäß Formel I die Reste R^1, R^2 und R^3 gleich sind.

10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß in der Verbindung gemäß Formel I das Anion X^- unter Chlorid, Fluorid, Iodid und Bromid, Nitrat, Hydroxid, Phosphat, Hydrogenphosphat, Dihydrogenphosphat, Pyrophosphat, Metaphosphat, Hexafluorophosphat, Carbonat, Hydrogencarbonat, Sulfat, Hydrogensulfat, C_{1-20}-Alkylsulfat, C_{1-20}-Alkylsulfonat, gegebenenfalls C_{1-18}-alkylsubstituiertes Arylsulfonat, Chlorat, Perchlorat und/oder den Anionen von C_{1-24}-Carbonsäuren wie Formiat, Acetat, Laurat, Benzoat oder Citrat, allein oder in beliebigen Mischungen, ausgewählt wird.