

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第3579441号
(P3579441)

(45) 発行日 平成16年10月20日(2004.10.20)

(24) 登録日 平成16年7月23日(2004.7.23)

(51) Int. Cl.⁷

F I

C O 1 B 15/10

C O 1 B 15/10

Q

C 1 1 D 3/395

C 1 1 D 3/395

C 1 1 D 7/54

C 1 1 D 7/54

D O 6 L 3/02

D O 6 L 3/02

請求項の数 12 (全 10 頁)

(21) 出願番号	特願平5-256925	(73) 特許権者	593190401
(22) 出願日	平成5年10月14日(1993.10.14)		ゾルファイ インテロックス ゲゼルシャ
(65) 公開番号	特開平6-340403		フト ミット ベシュレンクテル ハフツ
(43) 公開日	平成6年12月13日(1994.12.13)		ング
審査請求日	平成12年8月31日(2000.8.31)		ドイツ連邦共和国 ヘルリーゲルスクロイ
(31) 優先権主張番号	P4234966.4		ト ドクトル－グスタフ－アードルフ－シ
(32) 優先日	平成4年10月16日(1992.10.16)		ュトラ－セ 3
(33) 優先権主張国	ドイツ(DE)	(74) 代理人	100061815
(31) 優先権主張番号	P4326804.8		弁理士 矢野 敏雄
(32) 優先日	平成5年8月10日(1993.8.10)	(74) 代理人	100094798
(33) 優先権主張国	ドイツ(DE)		弁理士 山崎 利臣
前置審査		(74) 代理人	230100044
			弁護士 ラインハルト・アインゼル

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】被覆材料で被覆された過炭酸ナトリウム粒子及びその製法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

固体無機被覆材料で被覆された過炭酸ナトリウム粒子において、被覆材料は、炭酸ナトリウムと塩化ナトリウムからなる混合物、及び更に、ポリリン酸ナトリウム、ポリカルボン酸ナトリウム、ケイ酸ナトリウム、ホスホン酸及びそれらの塩及び硫酸マグネシウムの群から選択される助剤を含有することを特徴とする、被覆された過炭酸ナトリウム粒子。

【請求項2】

固体無機被覆材料で被覆された過炭酸ナトリウム粒子の製法において、過炭酸ナトリウム粒子を、被覆材料の成分の水溶液又は懸濁液である水性被覆剤で処理し、かつ水性被覆剤で処理した粒子を乾燥させることにより、過炭酸ナトリウム粒子を、炭酸ナトリウムと塩化ナトリウムからなる混合物、及び更に、ポリリン酸ナトリウム、ポリカルボン酸ナトリウム、ケイ酸ナトリウム、ホスホン酸及びそれらの塩及び硫酸マグネシウムの群から選択される助剤を含有する被覆材料で被覆することを特徴とする、被覆された過炭酸ナトリウム粒子の製法。

【請求項3】

被覆剤は、少なくとも20重量%の固体含有率を有する、請求項2記載の方法。

【請求項4】

水性被覆剤で処理した粒子を、1.5重量%より少ない残留含水率まで乾燥させる、請求項2又は3記載の方法。

【請求項5】

過炭酸ナトリウム粒子を水性被覆剤で処理する際に、被覆された粒子の全重量に対して被覆材料を少なくとも1重量%有する粒子の被覆が得られるような量の水性被覆剤を、過炭酸ナトリウム粒子上に塗布する、請求項2から4までのいずれか1項記載の方法。

【請求項6】

炭酸ナトリウムと塩化ナトリウムからなる混合物は、被覆材料の少なくとも80重量%である、請求項2から5までのいずれか1項記載の方法。

【請求項7】

炭酸ナトリウムと塩化ナトリウムからなる混合物中、炭酸ナトリウム対塩化ナトリウムの重量比が1:5~3:1である、請求項2から6までのいずれか1項記載の方法。

【請求項8】

被覆材料は、炭酸ナトリウムと塩化ナトリウムからなる混合物を少なくとも80重量%、及び前記助剤を多くとも20重量%まで含有する、請求項2から7までのいずれか1項記載の方法。

【請求項9】

水性被覆剤は、塩析に十分な量の塩化ナトリウム及び過炭酸ナトリウムの製造の際に慣例の助剤の存在下で、炭酸ナトリウムの水溶液又は懸濁液と、過酸化水素溶液とを反応させることによる、過炭酸ナトリウムの製造の際に得られる母液からなる、請求項2から8までのいずれか1項記載の方法。

【請求項10】

母液は、多くとも2重量%までの活性酸素を含有する、請求項9記載の方法。

【請求項11】

水性被覆剤中、母液に、炭酸ナトリウム及び必要に応じて過炭酸ナトリウム製造の際に慣例の助剤を添加することにより、少なくとも20重量%の固体含有率に調節する、請求項9又は10記載の方法。

【請求項12】

水性被覆剤として、その組成が、過炭酸ナトリウムの製造のために使用可能な塩化ナトリウム及び過炭酸ナトリウム製造の際に慣例の助剤を含有する炭酸ナトリウム水性懸濁液に相当する、被覆材料含有懸濁液を使用する、請求項2から11までのいずれか1項記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】

本発明は、無機被覆材料での被覆による過炭酸ナトリウムの安定化に関する。

【0002】

【従来の技術】

過炭酸ナトリウムは、粉末形の洗剤、漂白剤及び洗浄剤中の漂白成分として使用される。これは、過酸化水素の良好な水溶性並びに迅速な遊離により優れ、かつ環境にやさしく、それゆえに、その分解生成物は環境を汚染しない。

【0003】

過炭酸ナトリウムの欠点は、慣例の洗剤成分の存在下での、その比較的僅かな貯蔵安定性である。従って、過炭酸ナトリウムの安定化を、安定化添加物により、かつ／又は安定化層での過炭酸ナトリウム粒子の被覆により改良するために、多くの措置が提案されている。ドイツ国特許（DE）第2622610号明細書中には、例えば、硫酸ナトリウム、炭酸ナトリウム及びケイ酸ナトリウムからなる無機被覆材料での被覆が提案されている。ドイツ国特許（DE）第2800916号明細書及び同第3321082号明細書中には、ホウ素化合物含有材料での被覆が提案されている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】

本発明の課題は、粉末洗剤中におけるその貯蔵安定性を高める、過炭酸ナトリウム用の被覆材料を提供し、かつ過炭酸ナトリウム粒子の安定化被覆のための、環境にやさしい方法

10

20

30

40

50

を開発することである。

【0005】

【課題を解決するための手段】

さて、過炭酸ナトリウムの安定化は、塩化ナトリウム及び炭酸ナトリウムを含有する被覆材料を用いて、殊に有利に達成されることが分かった。

【0006】

従って、本発明の目的は、その被覆材料が、炭酸ナトリウムと塩化ナトリウムからなる混合物及び場合により更に、過炭酸ナトリウム製造の際に慣例の助剤、例えば結晶化助剤及び／又は安定化剤を含有することを特徴とする、固体無機被覆材料で被覆された過炭酸ナトリウム粒子である。

10

【0007】

更に、本発明の目的は、炭酸ナトリウム粒子を、被覆材料の成分の水溶液又は懸濁液である水性被覆剤で処理し、かつ水性被覆剤で処理した粒子を乾燥させるようにして、被覆材料で被覆することを特徴とする、このようにして被覆された炭酸ナトリウム粒子の製法である。

【0008】

過炭酸ナトリウムとしては、自体公知の方法により、炭酸ナトリウムと過酸化水素との反応により製造された過炭酸ナトリウムを使用することができる。従って、本発明により処理すべき過炭酸ナトリウムの製造は、技術水準で自体公知の方法により、ソーダ (Na_2CO_3) と過酸化水素水溶液との反応により行なうことができる。例えば、過炭酸ナトリウムの慣例の製法は、過酸化水素溶液と炭酸ナトリウム溶液又は一懸濁液を、場合により、形成された過炭酸ナトリウムの塩析に十分な量の食塩の添加下で反応させ、かつ晶出した過炭酸ナトリウムを母液から分離し、かつ乾燥させることよりなる。過炭酸ナトリウムを製造するためには、一般的に、濃縮した過酸化水素溶液、及びソーダを飽和濃度以上の量で含有する濃縮したソーダ水溶液もしくは一懸濁液が適当である。約 200～250 g/l の範囲のソーダ濃度は、殊に適当である。ソーダと H_2O_2 からの反応混合物に、過炭酸ナトリウムの製造において慣例の助剤、例えば結晶化助剤及び／又は安定剤を加えることもできる。炭酸ナトリウム製造の際の慣例の添加剤の例は、次のものである；ポリリン酸ナトリウム、例えばヘキサメタリン酸ナトリウム、ケイ酸ナトリウム、例えば水ガラス、ポリカルボン酸ナトリウム、ホスホン酸、例えば 1-ヒドロキシエタン-1, 1-ジホスホン酸及びそれらの塩、及び硫酸マグネシウム。適当な添加物を含有するソーダ水溶液もしくは一懸濁液と、過酸化水素溶液との反応により過炭酸ナトリウムを製造し、形成された過炭酸ナトリウムを晶出させ、晶出物を母液から分離し、及び引き続き晶出物を乾燥させる方法は、例えばドイツ国 (DE) 第 2 3 2 8 8 0 3 号明細書及び同第 2 6 2 2 4 5 8 号明細書中に記載されている。顆粒化した過炭酸ナトリウム粒子は、従来の噴霧乾燥法により製造することもできる。この際、一般的に、先ず、ソーダを含有する溶液を、過酸化水素溶液及び場合による更なる添加物と一緒にして、反応混合物にし、かつ次いで、これを噴霧乾燥機に供給する。更に、同様に公知の方法は、ソーダ含有溶液と過酸化水素溶液との混合物を、流動層乾燥機中で、装入した過炭酸ナトリウム核上にスプレーする、いわゆる噴霧顆粒化 (流動層噴霧乾燥) である。例えば、東独特許 (DD) 第 2 8 2 8 1 3 号明細書中に記載されているような強力混合装置中で、固体炭酸ナトリウムと、濃縮した過酸化水素溶液とを反応させるによっても、過炭酸ナトリウムを、自体公知の方法で得ることができる。

20

30

40

【0009】

本発明により記載した過炭酸ナトリウム粒子は、被覆材料を、被覆された粒子の全重量に対して、一般的に少なくとも 1 重量%、特に 2～12 重量% 含有する。被覆された粒子の全重量に対して、被覆材料を 3～7 重量% 有する被覆は、殊に有利なものとして認められる。

【0010】

本発明の被覆材料の主要成分は、炭酸ナトリウムと塩化ナトリウムからなる混合物である

50

。この混合物は、有利には、被覆材料の少なくとも80重量%になる。塩化ナトリウムは、被覆材料の加工特性にとって重要な成分である。炭酸ナトリウム／塩化ナトリウムの混合物において、炭酸トリウム対塩化ナトリウムの重量比は、有利には、1：5～3：1、特に1：4～2：1であり、炭酸ナトリウム／塩化ナトリウムの混合物において、1：2～2：1の重量比が殊に有利である。

【0011】

場合により、被覆材料は、炭酸ナトリウム及び塩化ナトリウムからなる混合物の他に、更に、過炭酸ナトリウム製造の際に慣例の助剤を含有していてもよい。このような助剤の割合は、全被覆材料に対して、多くとも20重量%であるのがよい。これは、助剤の割合が、被覆材料の0～20重量%でありうることを意味している。本発明による被覆材料中に存在してよい、過炭酸ナトリウム製造の際に慣例の助剤には、例えば、次のものが挙げられる：ポリリン酸ナトリウム、殊にヘキサメタリン酸ナトリウム（これらは、例えば被覆材料に対して0～10重量%の量で存在してよい）；ポリカルボン酸ナトリウム、殊に2500～100000の範囲の分子量を有する、アクリル酸ポリマー、例えばアクリル酸ホモポリマー又はアクリル酸／マレイン酸コポリマーのナトリウム塩、殊にポリアクリル酸ナトリウム（これらは、被覆材料に対して0～10重量%の量で存在してよい）；ケイ酸ナトリウム、特に3.5：1～2：1のSiO₂：Na₂Oの比を有する水ガラス（これは、被覆材料に対して0～20重量%の量で存在してよい）；ホスホン酸、殊に、場合によりヒドロキシにより置換された低級アルカンモノー又はジホスホン酸、例えば1-ヒドロキシエタン-1、1-ジホスホン酸、又はそれらの塩（これは、例えば被覆材料に対して0～5重量%の量で存在してよい）；及び水溶性マグネシウム塩、殊に硫酸マグネシウム（これは、被覆材料に対して0～10重量%の量で存在してよい）。しかしながら、ここで挙げた助剤以外に、もちろん、過炭酸ナトリウムの製造のために公知の使用可能な、他の全ての助剤を添加してもよい。

【0012】

本発明により、過炭酸ナトリウムを、被覆材料の成分の水溶液又は懸濁液である水性被覆剤で、自体公知の方法で処理し、かつ被覆剤で処理した粒子を乾燥させることにより、被覆材料で被覆された過炭酸ナトリウム粒子が製造される。その際、自体公知の方法で、まず、水性被覆剤を粒子上に塗布し、かつ引き続き、被覆剤で塗布された粒子を乾燥させるようにして行なうか、又は同様に公知の方法で、水性被覆剤を、熱風を流通させた流動層乾燥機中で、粒子上に噴霧することができ、その際、同時に乾燥が行なわれる。

【0013】

本発明方法によれば、有利には、まず、水性被覆剤を、ミキサー中で、被覆すべき過炭酸ナトリウム粒子上に塗布し、かつ引き続き、これを、特に流動層乾燥機中で乾燥させる。有利には、過炭酸ナトリウム粒子上への水性被覆剤の塗布を、噴射（Wurf）－又は遠心技術を有する高速回転ミキサー中で行なう。これは、被覆すべき物品上での水性被覆剤の良好でかつ迅速な分配を保証し、かつそれにより、水性被覆剤の常圧塗布が可能になる。これは、水性被覆剤が懸濁液か、又は結晶化及び／又はかさぶた状化傾向のある溶液である場合、殊に有利である。水性被覆剤の温度は、固体含有率に関連して変化させることができ、かつ有利には室温～60℃の範囲である。この有利な変法において、比較的多い量、すなわち12重量%までの混合材料湿度（すなわち、12重量%までの混合材料の計算含水率）に相当する量を、本発明による被覆剤により、過炭酸ナトリウム粒子上へ、混合材料の過剰湿潤（Ueberfeuchtung）を生じることなく、塗布することができる。このような高い混合材料湿度にもかかわらず、僅かな凝集物形成が起こるだけである。従って、本発明により、固有の被覆工程で、異例に多い量の被覆材料を、過炭酸ナトリウム粒子上に塗布することも可能である。例えば、被覆剤によって導入される固体含有率（被覆材料）は、湿潤混合材料の全固体含有率（過炭酸ナトリウム粒子＋被覆材料）の7重量%までであってよい。水性被覆剤で処理した過炭酸ナトリウム粒子の乾燥は、1.5重量%より少ない、特に0.8重量%より少ない残留含水率まで行なう。乾燥は、55～85℃、特に65～80℃範囲の乾燥温度で実施することができる。所望に

じて、より多い量の被覆材料を過炭酸ナトリウム粒子上に塗布する被覆工程を、何度も繰り返すことができる。

【0014】

本発明による被覆法の特異な利点は、過炭酸ナトリウム粒子の被覆の際に明らかになるが、その製造の際に、塩析のために場合により食塩を含有する反応混合物から晶出することにより、過炭酸ナトリウム結晶と共に、母液も得られる。結晶化工程からのこのような過炭酸ナトリウム母液の残留固体含有率を基礎とすると、これらの母液を、被覆のために使用すべき水性被覆剤用の基礎材料として使用することができ、かつ所望の固体含有率及び炭酸ナトリウム／塩化ナトリウム比を有する本発明により使用可能な被覆材料に、炭酸ナトリウム及び／又は塩化ナトリウムを添加することにより、後処理することができる。10
過炭酸ナトリウムの塩析のために母液中に既に存在する食塩含有率は、一般的に、被覆材料中で必要な塩化ナトリウム含有率を保証するのに十分なので、所望の炭酸ナトリウム含有率の調節のために、例えば、炭酸ナトリウム／塩化ナトリウム比少なくとも1：2を有する殊に有利な被覆材料を製造するために、母液に、有利には炭酸ナトリウムのみを添加すべきである。

【0015】

母液を基礎材料として製造した水性被覆剤は、更に、最大2重量%までの残留活性酸素を含有しうる。これにより、場合により、僅かな成分を、被覆物中に入れることができる。

【0016】

過炭酸ナトリウムの被覆に適当な水性被覆剤を得るために、母液の固体含有率を、ソーダ及び場合により食塩及び／又は更に過炭酸ナトリウム製造の際に慣例の助剤の添加により、所望の量まで高めることは有利である。20

【0017】

水性被覆剤として、その組成において、過炭酸ナトリウムの製造に使用可能な塩化ナトリウム、及び場合により過炭酸ナトリウム製造の際に慣例の助剤を含有する炭酸ナトリウム水性懸濁液に相当する被覆材料含有懸濁液も、有利に使用することができる。このような過炭酸ナトリウム懸濁液は、過炭酸ナトリウム製造時に、結晶化工程から得られる母液を基礎として、これに、相応して、ソーダ及び場合により更に、過炭酸ナトリウムの製造の際に慣例の助剤を添加することにより、有利に得られる。

【0018】

従って、本発明による、被覆による過炭酸ナトリウムの安定化の際には、過炭酸ナトリウム製造の際に既に使用した物質のみを使用する。過炭酸ナトリウム製造の際に、廃棄生成物として生じる母液を、被覆のために一緒に使用することができるので、通常必要な母液の廃棄物処理を十分に省くことができる。その組成において、過炭酸ナトリウム製造に使用される出発ソーダ懸濁液に、相当する被覆剤を使用する際に、分離した被覆剤が製造されず、かつ同じソーダ懸濁液を、過炭酸ナトリウムの製造用出発生成物として、かつ得られた過炭酸ナトリウム用の被覆剤として使用することができることにより、更なる利点が明らかになる。30

【0019】

本発明により被覆された過炭酸ナトリウム粒子は、貯蔵の際、慣例の洗剤成分を有する混合物中で、良好な安定性を有し、かつ水中でのその溶解速度は、被覆により実質的に妨げられない。40

【0020】

【実施例】

次の例で本発明を更に詳述するが、これを限定するものではない。

【0021】

次の例中で記載する水中への溶解速度を、自体公知の方法で、2 l 容器中で測定したが、この容器は、長さ42 mm及び高さ11 mmの2垂直攪拌翼を有する軸、及び1分間当たり350回転の回転率を有するモーターを有する精鋼攪拌器を備え、かつモーターに固定されているその軸は、ポリエチレンで絶縁されている。測定のために、物質2 gを、1 50

5℃の鉍物質除去した水1 l 中に入れ、かつ攪拌した。溶かした物質の量を、溶液中での導電率測定により測定した。

【0022】

例中に記載した残留含水率は、自体公知の方法で、試料10 gを100 ml 丸底フラスコ中に計り入れ、かつ60℃で2時間、5トル(Torr)の減圧下で乾燥させ、かつ引き続き、重量減少を測ることにより測定した。

【0023】

例1：過炭酸ナトリウムの被覆

混合容器(実験室ミキサー M5R型、レーディゲ(Loedige)社製)中に、炭酸ナトリウム2.5 kgを装入した。260 U/minの回転数で、次の、40℃まで加温した被覆液A 460 gを添加した。 10

【0024】

被覆水溶液A：

NaCl 含量：230.6 g/l

Na₂CO₃ 含量：118.3 g/l

固体含有率：28.6 重量%

濃度：1.22 g/ml。

【0025】

添加時間は100秒であり、かつ混合物を60秒の後混合の間、更に混合した。混合材料は、11.1 重量%の湿度を有した。混合材料中に入れられた量の被覆剤の固体含有率は、混合材料の全固体含有率に対して5重量%であった。 20

【0026】

引き続き、湿った混合材料を、実験室一流動層乾燥機中で、75～80℃の排気温度で乾燥させた。乾燥した被覆された過炭酸ナトリウム粒子が、次の特徴を有する流動性の乾燥生成物として得られた：

活性酸素含有率：13.01 重量%

残留含水率：1.1 重量%

凝集物形成：1000 μより大きい直径を有する凝集物含有率：3.3 重量%。

【0027】

水中での溶解速度(2 g/lの濃度及び温度15℃で測定)：2分後に95重量%が溶けた。 30

【0028】

例2：過炭酸ナトリウムの被覆

例1に記載したように、過炭酸ナトリウム粒子2.5 kgを、被覆溶液A 270 gと混合した。混合材料は、7.0 重量%の湿度を有した。混合材料中に入れられた量の被覆剤の固体含有率は、混合材料の全固体含有率に対して3重量%であった。混合材料の乾燥後に得られた流動性の乾燥生成物は、次の特徴を有した：

活性酸素含有率：13.29 重量%、

残留含水率：0.9 重量%、

凝集物形成：1000 μより大きい直径を有する凝集物含有率：0.9 重量%。 40

【0029】

水中での溶解速度(2 g/lの濃度及び温度15℃で測定)：2分後に96重量%。

【0030】

例3：過炭酸ナトリウムの被覆

例1に記載した方法により、過炭酸ナトリウム2.5 kgを、次の被覆溶液B(温度20℃) 417 gと混合した。

【0031】

被覆水溶液B：

NaCl 含量：236 g/l

Na₂CO₃ 含量：59 g/l

H₂O₂ 含量： 11.8 g/l
 固体含有率： 25 重量%
 濃度： 1.18 g/ml。

【0032】

混合材料は、湿度10.7重量%を有した。混合材料中に入れられた量の被覆剤の固体含有率は、混合材料の全固体含有率に対して4重量%であった。

【0033】

湿った混合材料の乾燥後に得られた、流動性の乾燥生成物は、次の特徴を有した：

活性酸素含有率：13.19重量%、

残留含水率：0.83重量%、

凝集物形成：1000 μより大きい直径を有する凝集物含有率：3.1重量%。

10

【0034】

水中での溶解速度（2 g/lの濃度及び温度15℃で測定）：2分後に96重量%が溶けた。

【0035】

例4：過炭酸ナトリウムの被覆

例1中に記載した方法により、過炭酸ナトリウム2.5 kgを、次の被覆懸濁液C（温度20℃）436 gと混合した。

【0036】

被覆水溶液C：

NaCl 含量： 230 g/l

Na₂CO₃ 含量： 250 g/l

ヘキサメタリン酸ナトリウム含量：3 g/l

固体含有率： 366 g/懸濁液kg

濃度： 1.32 g/ml。

20

【0037】

混合材料は、湿度9.4重量%を有した。混合材料中に入れられた量の被覆剤の固体含有率は、混合材料の全固体含有率に対して6重量%であった。

【0038】

湿った混合材料の乾燥後に得られた流動性乾燥生成物は、次の特徴を有した：活性酸素含有率：13.05重量%

30

残留含水率：0.76重量%

凝集物形成：1000 μより大きい直径を有する凝集物含有率：2.3重量%。

【0039】

水中での溶解速度（2 g/lの濃度及び温度15℃で測定）：2分後に96重量%。

【0040】

例5：過炭酸ナトリウムの製造及び被覆

A) 過炭酸ナトリウムの製造

45℃の温度で、水性ソーダ懸濁液（I）を製造した。これは、1 l当たり、炭酸ナトリウム250 g、塩化ナトリウム230 g、ヘキサメタリン酸ナトリウム3 g及びSiO₂ 2.4 g/lに相当する量の水ガラス（SiO₂ %：Na₂O % = 3.4を有する水ガラス溶液からなる）を含有した。このソーダ懸濁液1 l及び、H₂O₂ 902 g及び1-ヒドロキシエタン-1, 1-ジホスホン酸2 gを含有する過酸化水素水溶液0.134 lを、NaCl 230 g/lを含有する塩化ナトリウム水溶液400 mlに滴加した。この際、ソーダ懸濁液及び過酸化水素溶液の添加は、反応混合物中で、炭酸ナトリウム対過酸化水素のモル比が1.1～1.4を保持するように調節した。反応の間、温度を約17℃に保った。

40

【0041】

添加終了後に、反応混合物に、更に、SiO₂ 2 gに相当する量の水ガラス溶液を添加し、かつ形成された過炭酸ナトリウム懸濁液を10℃まで冷却した。引き続き、結晶を分離

50

した。残った母液は、1 l 当たり、炭酸ナトリウム 69 g、塩化ナトリウム 180 g、 SiO_2 0.06 g、リン 0.04 g 並びに活性酸素 1.3 g を含有し、かつ濃度 1.18 kg/l を有した。

【0042】

B) 被覆剤の製造

方法工程 A) で得られた母液を、被覆剤用の基礎材料として使用した。この際、更なる量の固体の添加により、炭酸ナトリウム 250 g/l、塩化ナトリウム 230 g/l、ヘキサメタリン酸ナトリウム 3 g/l 並びに SiO_2 (水ガラスの形) 2.4 g/l の含量に調節した。こうして得られた懸濁液の濃度は約 1.32 kg/l であり、固体含有率は 369 g/kg であった。従って、この被覆剤は、その組成において、過炭酸ナトリウムの製造のために使用可能なソーダ懸濁液に相当する。 10

【0043】

C) 過炭酸ナトリウムの被覆

例 1 に記載した方法により、過炭酸ナトリウム 2.5 kg を、方法工程 B) で製造し、45℃まで加温した被覆剤 432 g と混合した。混合材料は、湿度 9.3 重量% を有した。混合材料中に入れられた量の被覆剤の固体含有率は、混合材料の全固体含有率に対して 6 重量% であった。

【0044】

湿った混合材料の乾燥後に得られた、流動性の乾燥生成物は、次の特徴を有した：

活性酸素含有率：13.15 重量% 20

残留含水率：0.15 重量%

凝集物形成：1000 μ より大きい直径を有する凝集物含有率：0.4 重量%。

【0045】

水中での溶解速度（濃度 2 g/l 及び温度 15℃で測定）：2 分後に 96 重量% 溶けた。

【0046】

例 6：過炭酸ナトリウムの被覆

例 1 に記載した方法により、過炭酸ナトリウム 2.5 kg を、次の被覆懸濁液 D (温度 45℃) 436 g と混合した。

【0047】

被覆水溶液 D： 30

NaCl 含量： 230 g/l

Na₂CO₃ 含量： 250 g/l

マレイン酸／アクリル酸－コポリマーのナトリウム塩

(平均分子量 70000)： 3 g/l

固体含有量： 366 g/懸濁液 kg

濃度： 1.32 g/ml。

【0048】

混合材料は、湿度 9.4 重量% を有した。混合材料中に入れられた量の被覆剤の固体含有率は、混合材料の全固体含有率に対して 6 重量% であった。 40

【0049】

湿潤混合材料の乾燥後に得られた、流動性乾燥生成物は、次の特徴を有した：

活性酸素含有率：13.20 重量%

残留含水率：0.5 重量%

凝集物形成：1000 μ より大きい直径を有する凝集物の含有率：2.3 重量%。

【0050】

水中での溶解速度（濃度 2 g/l 及び温度 15℃で測定）：2 分後に 99 重量% が溶けた。 50

【0051】

例I：安定化試験

洗剤内容物の存在下での被覆された過炭酸ナトリウム粒子の安定化を試験するために、前記例で製造した被覆された過炭酸ナトリウム粒子、並びに比較のために、更に、被覆されていない過炭酸ナトリウムを、それぞれ、市販のゼオライト含有コンパクト洗剤の基礎粉末中に、活性酸素2重量%（得られた全混合物に対して）に相当する量で入れた。引き続き、これらの全混合物に関して、40℃で、活性酸素喪失を伴って現われる過炭酸塩の分解を、それと結ぶ付く熱流（ $\mu\text{W/g}$ ）をマイクロ熱量計（Mikrokalorimeter）で測ることにより測定した。この際、高い熱流は、高い分解率に相当する。

【0052】

10

結果を、次の表中に記載するが、本発明により被覆された過炭酸ナトリウムは極端に僅かな分解率しか有さず、かつ洗剤内容物と非常に良好に相容性であることを示す。

【0053】

表：

例No. の物質

熱流として測定された分解率（ $\mu\text{W/g}$ ）

1	19
2	22
3	31
4	10
6	15
被覆されていない出発物質	60

20

フロントページの続き

- (72)発明者 リヒャルト レースラー
ベルギー国 クラーイネム ショセー ドゥ ブリュッセル 251
- (72)発明者 アルフレート ゼントゲラート
ドイツ連邦共和国 ハウゼンローイシェンバッハ イム グルント 2
- (72)発明者 ヴェルナー デッチュ
ドイツ連邦共和国 バート ヘニンゲン クロイツガッセ 3
- (72)発明者 ゲルト ヘッケン
ドイツ連邦共和国 フェテルシヨス ミハエルシュトラッセ 36

審査官 大工原 大二

- (56)参考文献 特開平03-028112 (JP, A)
特開昭63-215502 (JP, A)
特開平02-307811 (JP, A)
特開平04-187508 (JP, A)

- (58)調査した分野(Int.Cl.⁷, DB名)
C01B 15/10