(19) Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

(11) Veröffentlichungsnummer : **0 070 474**
B1

(12) # EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

(45) Veröffentlichungstag der Patentschrift : **30.01.85**

(51) Int. Cl.⁴ : **C 11 D 3/39**, C 11 D 17/00, D 06 L 3/02

(21) Anmeldenummer : **82106147.0**

(22) Anmeldetag : **09.07.82**

(54) **Verfahren zur Herstellung umhüllter körniger Bleichaktivatoren.**

(30) Priorität : **17.07.81 DE 3128336**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung : **26.01.83 Patentblatt 83/04**

(45) Bekanntmachung des Hinweises auf die Patenterteilung : **30.01.85 Patentblatt 85/05**

(84) Benannte Vertragsstaaten : **AT BE CH DE FR IT LI NL**

(56) Entgegenhaltungen :
EP-A- 0 037 026
DE-A- 2 048 331
DE-A- 2 263 939
DE-A- 2 340 882
DE-A- 2 535 731
DE-B- 1 162 967
DE-B- 2 138 584
GB-A- 2 048 930

(73) Patentinhaber : **Henkel Kommanditgesellschaft auf Aktien**
Postfach 1100 Henkelstrasse 67
D-4000 Düsseldorf-Holthausen (DE)

(72) Erfinder : **Saran, Herbert, Dr.**
Am Nettchesfeld 32
D-4000 Düsseldorf 13 (DE)
Erfinder : **Witthaus, Martin, Dr.**
Burgmüller-Strasse 7
D-4000 Düsseldorf 1 (DE)

EP 0 070 474 B1

Anmerkung : Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents im Europäischen Patentblatt 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

Unter Bleichaktivatoren werden Verbindungen verstanden, die in wäßrigen, Wasserstoffperoxid oder Perhydrate enthaltenden Lösungen unter Bildung von bleichend wirkenden Persäuren reagieren. Zu den besonders wirksamen Bleichaktivatoren zählen N-acylierte Amine, Amide und Glykolurile, wie sie beispielsweise aus der DE-B-11 62 967, DE-B-12 91 317, DE-A-20 38 106 und DE-B-15 94 865 bekannt sind. In der DE-B-11 62 967 wird vorgeschlagen, diese Bleichaktivatoren vor der Weiterverwendung, insbesondere vor dem Einsatz in Wasch- und Bleichmitteln mit einem wasserlöslichen Überzugsmittel zu versehen, wobei das Überzugsmittel beispielsweise aus Carboxymethylcellulose bestehen kann. Dieses Überzugsmittel kann in Wasser gelöst in feinverteilter Form auf den Aktivator aufgesprüht werden, worauf das überzogene Material getrocknet wird. Es wird die Empfehlung ausgesprochen, den Aktivator vor dem Überziehen zu granulieren, jedoch fehlen Hinweise, in welcher Weise und mit welchen Granulationshilfsmitteln dies durchgeführt werden soll. Arbeitet man nach den Angaben der DE-B-11 62 967 und besprüht einen derartigen Bleichaktivator, beispielsweise das Tetraacetylethylendiamin, mit einer wäßrigen Carboxymethylcellulose-Lösung in einem Granulator, so treten erhebliche Probleme auf. Es lassen sich nämlich wäßrige Lösungen mit einem Gehalt von mehr als 5 Gewichtsprozent an Carboxymethylcellulose wegen ihrer hohen Viskosität und gelartigen Beschaffenheit bei technichen Granulationsprozessen nicht mehr handhaben. Um eine ausreichend starke Hüllschicht auf den Aktivatorpartikeln zu erzeugen, müssen daher sehr große Mengen an den verhältnismäßig stark verdünnten Celluloseetherlösungen verarbeitet werden. Wenn, wie im Beispiel 10 der DE-B-11 62 967 angegeben, 18 Gewichtsprozent Carboxymethylcellulose auf den Bleichaktivator aufgebracht werden sollen und unterstellt man, daß eine hinsichtlich ihrer hohen Viskosität gerade noch verarbeitbare 5-prozentige Lösung benutzt wird, so wären hierfür 360 Gewichtsprozent (bezogen auf Aktivatormenge) an 5-prozentiger Celluloseether-Lösung erforderlich. Es läßt sich jedoch zeigen, daß bei Anwendung von mehr als 20 bis 30 Gewichtsprozent einer derartigen Lösung bereits klumpige bis breiartige Massen anstelle brauchbarer Granulate entstehen. Aus diesem Grund wird auch in Spalte 3 der DE-B-11 62 967 vorgeschlagen, alkoholische Lösungen der Carboxymethylcellulose zu verwenden. Diese erfordern jedoch die Installation aufwendiger Explosionsschutzvorrichtungen und verursachen hohe Kosten für die Rückgewinnung des Lösungsmittels. Für technische Zwecke ist ein solches Verfahren ungeeignet. Die gleichen Probleme treten auf, wenn man anstelle einer Celluloseether-Lösung, die ebenfalls in der DE-B-11 62 967 vorgeschlagenen, in organischen Lösungsmitteln gelösten Fettsäuren, Fettsäurealkanolamide, Fettalkohole und Carbowaxe als Hüllmaterial einsetzt. Erschwerend kommt hinzu, daß sich derartige Hüllmaterialien in kalten Bleichlösungen nicht oder nur sehr langsam lösen und daher der gewünschte Kaltbleicheffekt unterdrückt wird.

Aus der DE-A-20 48 331 ist ein Verfahren zur Herstellung umhüllter, granulierter Bleichaktivatoren bekannt, bei dem der Aktivator zunächst mit einem zur Umhüllung oder Granulierung geeigneten Mittel trocken vermischt und in einem zweiten Schritt mit Wasser beziehungsweise in Wasser gelösten Granulierhilfsmitteln oder Filmbildnern besprüht und granuliert wird. Zur Herstellung der trockenen Vorgemische werden entweder wasserlösliche, in Waschmitteln übliche Gerüstsalze, wie Kristallwasser bindende Phosphate, Polyphosphate, Carbonate und Silikate von Alkalimetallen oder wasserunlösliche Füllstoffe, wie Kieselsäure, Magnesiumsilikat oder Magnesiumoxid vorgeschlagen. Man kann die gleichen wasserlöslichen, Kristallwasser bindenden Salze auch als Granulierhilfsmittel verwenden oder aber die trockenen Vorgemische mit einer wäßrigen Lösung filmbildender Stoffe, wie Cellulosederivate oder andere wasserlösliche Polymere natürlichen oder synthetischen Ursprungs besprühen und gleichzeitig granulieren. Dieses Verfahren ist jedoch nur zur Herstellung von Granulaten mit einem vergleichsweise niedrigen Gehalt an Bleichaktivatoren, das heißt mit einem solchen von weniger als 50 Gewichtsprozent, brauchbar. Die Granulate lassen sich daher nur auf solchen Gebieten einsetzen, bei denen der hohe Anteil an Zuschlagstoffen nicht stört.

Bei den beschriebenen Verfahren zum Einhüllen von Bleichaktivatoren hat man sich ausdrücklich auf Granulationsverfahren beschränkt. Bei üblichen Granulationsverfahren fallen jedoch vielfach Produkte mit sehr uneinheitlicher Korngröße an. Diese müssen nach beendeter Granulation und Trocknung durch Absieben von Grobkorn und Staubanteilen befreit werden. Würde man das Grobkorn lediglich auf die gewünschte Korngröße vermahlen und dem fertigen Granulat zumischen, so würde das Mahlgut nur eine verminderte Lagerbeständigkeit aufweisen, da die Bleichaktivatorkörner an den Bruchstellen nicht oder nicht ausreichend geschützt sind. Das bedeutet, daß man außer dem Feingut auch das gemahlene Grobkorn wieder in den Granulationsprozeß zurückführen und damit erhebliche Produktmengen im Kreislauf führen muß.

Aus der DE-C-21 38 584 sowie der DE-A-22 07 974 sind Verfahren zur Herstellung umhüllter Bleichaktivatoren bekannt, bei denen geschmolzene Gemische aus Polyglykol und Fettsäuren mit darin dispergierten Bleichaktivatoren mittels Düsen oder rotierenden Scheiben in einen Fallraum versprüht und die gebildeten Tröpfchen mittels kühler Luft zum Erstarren gebracht werden. In den so erhaltenen Prills ist der Bleichaktivator sehr wirksam gegen Zersetzung geschützt. Probleme können sich jedoch bei der Anwendung ergeben, da sich die Prills nur bei Temperaturen oberhalb des Schmelzpunktes vollständig lösen. Zusätze von Fettalkoholen bzw. deren Ethoxylaten und Sulfaten, wie sie in der DE-A-

23 38 412 une DE-A-25 35 731 beschrieben sind, bringen nur eine graduelle Verbesserung. Bei niedrigen Temperaturen ungelöste Prills können sich während des Waschprozesses auf den Textilien festsetzen und während des späteren Heißtrocknens oder Bügelns zu kleinen Fettflecken ausbreiten. Schließlich wirft auch das Herstellungsverfahren an heißen Sommertagen Probleme auf, wenn nicht ausreichend kalte Luft zum Abkühlen und Verfestigen der Prills zur Verfügung steht. Eine Vorkühlung der in den Sprühturm eingeführten Luft ist jedoch sehr aufwendig.

Den vorgenannten Granulations- und Sprühverfahren ist gemeinsam, daß sie bei verhältnismäßig niedrigen Temperaturen durchgeführt wurden. Wegen der hohen thermischen Empfindlichkeit der Bleichaktivatoren ging man bisher davon aus, daß sie nicht den Bedingungen der Heißsprühtrocknung ausgesetzt werden dürfen.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Herstellung gleichmäßig umhüllter und damit sehr stabiler Bleichaktivatorkörner von gleichförmiger Beschaffenheit und guter Löslichkeit in kaltem Wasser zu entwikkeln, die einen hohen Gehalt von 90 und mehr Gew.-% an aktiver Wirksubstanz aufweisen.

Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung umhüllter körniger Bleichaktivatoren, dadurch gekennzeichnet, daß man eine pumpfähige wäßrige Aufschlämmung, enthaltend 1 bis 1,7 Gewichtsteile Wasser auf 1 Gewichsteil eines Gemisches aus

A) einem pulverförmigen Bleichaktivator aus der Klasse der N- bzw. O-Acylverbindungen und

B) mindestens einer Verbindung aus der Klasse der wasserlöslichen Celluloseether, Stärke und Stärkeether, wobei das Gewichtsverhältnis von (A) : (B) 99 : 1 bis 90 : 10 beträgt, in einem Trockenraum versprüht, in dem ein Trockengasstrom mit einer Eingangstemperatur von 100° bis 200 °C und einer Austrittstemperatur von 40° bis 120 °C unterhalten wird und das Sprühprodukt auf einen Feuchtigkeitsgehalt von 3 Gew.-% oder weniger trocknet.

Die wäßrige Aufschlämmung wird zweckmäßigerweise so hergestellt, daß man zunächst eine Lösung bzw. Anquellung des Celluloseethers bzw. der Stärke bzw. des Stärkeethers herstellt und den pulverigen Bleichaktivator anschließend einrührt. Beispiele für Celluloseether sind Methylcellulose, Ethylcellulose, Hydroxyethylcellulose, Methylhydroxyethylcellulose, Methylhydroxypropylcellulose, Carboxymethylcellulose (als Natriumsalz) und Methylcarboxymethylcellulose (Na-Salz). Als Stärke kommt beispielsweise depolymerisierte Stärke in Betracht. Geeignete Stärke-ether sind beispielsweise Carboxymethylstärke, Hydroxyethylstärke und Methylstärke. Als besonders geeignet hat sich Natriumcarboxymethylcellulose erwiesen.

Als Bleichaktivatoren eignen sich die bekannten N-acylierten Amine, Diamine, Amide und Glykolurile, wie sie in den eingangs genannten Patentschriften offenbart sind. Es sind dies zum Beispiel Tetraacetylmethylendiamin, Tetraacetylethylendiamin, Diacetylanilin, Diacetyl-p-toluidin, 1,3-Diacetyl-5,5-dimethylhydantoin, Tetraacetylglykoluril, Tetrapropionylglykoluril, 1,4-Diacetyl-2,5-diketopiperazin und 1,4-Diacetyl-3,6-dimethyl-2,5-diketopiperazin. Bevorzugt wird Tetraacetylethylendiamin als Bleichaktivator eingesetzt.

Der Bleichaktivator weist vorzugsweise die folgende, mittels Siebanalyse bestimmte Korngrößenverteilung auf :

0 Gew.-% über 1,5 mm
10-50, vorzugsweise 15-40 Gew.-% mit 1,5-0,2 mm
15-60, vorzugsweise 20-50 Gew.-% mit 0,2-0,09 mm
5-50, vorzugsweise 10-40 Gew.-% mit 0,09-0,03 mm
bis 30 Gew.-% unter 0,03 mm.

Die Siebzahlbestimmung wird zweckmäßigerweise mit einem Luftstrahlsieb vorgenommen, um Fehler, die durch Zusammenballen von Feinstanteilen aufgrund elektrostatischer Aufladung entstehen, zu vermeiden.

Bleichaktivatoren, deren Korngrößenverteilung innerhalb des vorstehenden Schemas liegen, führen zu Produkten mit besonders günstigen Pulver- bzw. Lagereigenschaften und höherer Lösungsgeschwindigkeit in kaltem Wasser.

Das Gewichtsverhältnis von Bleichaktivator (Komponente A) zu den Cellulose- oder Stärkeethern bzw. Stärke (Komponente B) beträgt 99 : 1 bis 90 : 10, vorzugsweise 97 : 3 bis 93 : 7 bei einem Verhältnis von Wasser zur Summe der Feststoffe von 1,7 : 1 bis 1 : 1, vorzugsweise von 1,5 : 1 bis 1,3 : 1. In jedem Falle sollten die Mengenverhältnisse so gewählt werden, daß der wäßrige Ansatz ggf. im erwärmten Zustand noch pump- und sprühfähig ist. Das bedeutet, daß Ansätze mit höheren Anteilen an der Komponente (B) höhere Wassergehalt erfordern als solche mit geringeren Anteilen an (B).

Außer den beiden Komponenten (A) und (B) können dem wäßrigen Ansatz noch weitere Stoffe zugesetzt werden, die mit Bleichaktivatoren bzw. unter den Bedingungen der Sprühtrocknung beständig sind und bei der späteren Verwendung den Mitteln selbst bzw. einem damit vermischten Waschmittel vorteilhafte Eigenschaften verleihen. Hierzu zählen Polyglykole sowie nichtionische Tenside, insbesondere lineare, z. B. von gesättigten und ungesättigten Fettalkoholen oder methylverzweigte, d. h. von Oxoalkoholen abgeleitete Alkylpolyglykolether mit durchschnittlich 4 bis 25 Glykolethergruppen bzw. äquivalente Polyglykoletherderivate von Alkylphenolen, Alkylaminen, Thioalkoholen, Fettsäuren und

Fettsäureamiden. Die Menge dieser Zusätze kann bis zu 10, z. B. 1 bis 5 Gew.-%, bezogen auf das trockene Sprühprodukt, betragen. Derartige Zusätze vermindern die Neigung zum Stäuben. Weiterhin können Farbstoffe und Pigmente zugesetzt werden, ferner pulverförmige, insbesondere mikrofeine Kieselsäure oder feinteilige Zeolithe, Phosphate, wie Natriumtripolyphosphat und Neutralsalze, wie Natriumsulfat. Der Anteil dieser Stoffe sollte jedoch vorzugsweise gering sein, d. h. unter 10 Gew.-%, bezogen auf das Trockenprodukt, liegen, um einen der wesentlichen Vorteile des Verfahrens, nämlich die Bereitstellung eines Produktes mit hohem Aktivstoffgehalt, nicht in Frage zu stellen. In den Fällen, in denen die Verfahrensprodukte jedoch unmittelbar einem Waschmittel zugemischt werden sollen, kann der Anteil derartiger, waschtechnisch wertvoller Stoffe auch wesentlich höher liegen und bis zu 50 Gew.-% des trockenen Sprühproduktes betragen.

Weiterhin ist es möglich, dem zum Einsatz in Waschmitteln bzw. in Waschprozessen bestimmten Granulaten vor der Sprühtrocknung auch solche Stoffe zuzusetzen, die üblicherweise in sehr geringer Menge den Waschmitteln in einem besonderen Mischprozeß getrennt zugemischt werden. Es handelt sich bei diesen Zusatzstoffen um solche, die bei der üblichen Heißsprühtrocknung eines Waschmittelslurry inaktiviert werden, insbesondere Schauminhibititoren. Als Schauminhibitoren kommen übliche bekannte Entschäumungsmittel, vorzugsweise Organopolysiloxane sowie deren Gemische mit mikrofeiner Kielselsäure in Frage. Beispiele hierfür sind Polydimethylsiloxan mit einem Gehalt von ca. 1-10 Gew.-% an mikrofeiner Kieselsäure. Der Anteil an derartigen Polysiloxanentschäumern kann 0,5 bis 5 Gew.-%, vorzugsweise 1 bis 4 Gew.-%, bezogen auf das fertige Sprühprodukt betragen. Das Zumischen des Entschäumers zum wäßrigen Ansatz erfolgt zweckmäßigerweise nach dem Lösen bzw. Anquellen der Komponente (B), um ein Aufrahmen der Silikonflüssigkeit zu vermeiden. Bei Einsatz von Organopolysiloxanen unterbleibt zweckmäßigerweise ein Zusatz von Tensiden zum wäßrigen Ansatz, um einen Wirkungsverlust hinsichtlich der schaumdämpfenden Eigenschaften zu vermeiden.

Das Sprühtrocknen erfolgt in üblichen, mit heißer Luft bzw. heißen Verbrennungsgasen beschickten Trockenkammern. In der Regel bestehen sie aus zylindrischen Türmen, in welche die heißen Gase im Gleichstrom, vorzugsweise jedoch im Gegenstrom, d. h. vorzugsweise im unteren Teil des Turms, tangential mit einer Temperatur von vorzugsweise 120 °C bis 150 °C eingeführt und am Turmkopf mit einer Austrittstemperatur von vorzugsweise 50 bis 85 °C abgeführt und zu den Entsbaubungsanlagen geleitet werden. Die zu trocknenden wäßrigen Ansätze werden über Hochdruckleitungen dem Kopf des Trockenturms zugeführt und über Sprühdüsen, von denen meist mehrere kreisförmig angeordned sind, versprüht. Anstelle der Hochdrucksprühdüsen können auch rotierende Sprühteller verwendet werden. Ebenso ist es möglich, die Trockengase im Gleichstrom zu führen, d. h. am Turmkopf einzuleiten und im Bereich des Turmbodens abzuführen. Das getrocknete Sprühgut kann am Boden des Turms, beispielsweise über Transportschnecken oder Zellradschleusen ausgetragen werden.

Die Trocknung wird im vorliegenden Fall so geleitet, daß das Sprühgut nach dem Verlassen des Turms einen Wassergehalt von nicht mehr als 3 Gew.-% vorzugsweise von 0,5 bis 2 Gew.-% aufweist. Das ggf. in mitversprühten Verbindungen gebundende Wasser bzw. Kristallwasser ist darin nicht einbezogen.

Es war in hohem Maße überraschend, daß die gegen Hitzeeinwirkung normalerweise empfindlichen Bleichaktivatoren unter den gewählten Sprühbedingungen weitgehend stabil bleiben. Die besonderen Vorteile sind darin zu sehen, daß die Bildung von Staubanteilen sowie an Überkorn vergleichsweise gering sind und die Srpühprodukte ein weitgehend einheitliches Kornspektrum von 0,2 bis 2 mm aufweisen, wobei meistens 70 bis 90 Gew.-% innerhalb einer erwünschten Korngröße von 0,4 bis 1,6 mm liegen. Produkte mit diesem Kornspektrum eignen sich insbesondere zum Einsatz in sprühgetrockneten Waschmitteln, die im allgemeinen ein ähnliches Kornspektrum aufweisen, weshalb die Gemische nicht beim Transport zum Entmischen neigen. In derartigen, meist Perborat als zusätzliche Pulverkomponente enthaltenden körnigen Waschpulvern zeichnen sich die Bleichaktivatoren durch eine hohe Lagerstabilität aus.

Beispiele

Die im folgenden verwendeten Abkürzungen bedeuten :

TAED = Tetraacetylethylendiamin
TAGU = Tetraacetylglykoluril
CMC = Carboxymethylcellulose, Na-Salz
EO = Ethylenglykolethergruppen.

Das verwendete Aktivator-Pulver wies folgendes, durch Siebanalyse mittels eines Luftstrahlsiebes (Alpine) bestimmtes Kornspektrum auf (in Gew.-%) :

(Siehe Tabelle Seite 5 f.)

Maschenweite	Beispiele 1,2	3,4	5
über 1,5 mm	0	0	0
1,5 - 0,2 mm	20	30	26
0,2 - 0,09 mm	33	36	42
0,03 - 0,09 mm	35	16	24
unter 0,03 mm	12	18	8

Beispiel 1

In einer Lösung von

5 Gewichtsteilen CMC in
140 Gewichtsteilen Wasser wurden
94,03 Gewichtsteile TAED-Pulver und
0,07 Gewichtsteile eines blauen Farbstoffes

zugemischt und 20 Minuten gerührt. Der stabile Slurry wurde in einer Menge von 1,5 t/h in einem im Gegenstrom mit tangentialer Trockenlufteinführung betriebenen Sprühturm mittels Düsen zerstäubt. Die Lufteingangstemperatur betrug 150 °C, die Ausgangstemperatur 70 °C. Das Produkt verließ den Turmboden mit einer Temperatur von 70 °C und wies eine Restfleuchte von 1,0 Gew.-% auf. Die Feinanteile mit 0,4 mm und Grobanteile mit über 1,6 mm wurden abgesiebt und in den folgenden Ansatz zurückgeführt. Der Anteil an Granulat mit einem Kornspektrum von 0,4-1,6 mm betrug 79,8 Gew.-%. Das Produkt war homogen, und gut rieselfähig. Eine Zersetzung des TAED war nicht eingetreten.

Im Gemisch mit einem sprühgetrockneten, 4 Gew.-% an TAED und 20 Gew.-% an Perborat als Zumischung enthaltenden Waschpulver erwies sich das Produkt bei einer Lagerzeit von 4 Wochen bei 20 °C und 80 % relative Luftfeuchte als stabil. In Wasser von 30 °C löste sich das Produkt bei Umrühren innerhalb von weniger als 2 Minuten.

Beispiel 2

Wie in Beispiel 1 beschrieben, wurde ein Slurry hergestellt, enthaltend

96 Gewichtsteile TAED
4 Gewichtsteile CMC
130 Gewichtsteile Wasser.

Der Ansatz wurde mit einem stündlichen Durchsatz von 2 t im Trockenturm versprüht. Die Eintrittstemperatur der im Gegenstrom geführten Luft betrug 160 °C, die Austrittstemperatur 80 °C, der Restwassergehalt des Sprühproduktes 0,5 Gew.-%. Der Anteil der Siebfraktion von 0,4 bis 1,6 mm betrug 75 Gew.-%. Hinsichtlich der Pulver- und Lagereigenschaften entsprach das Produkt weitgehend dem des Beispiels 1.

Beispiel 3

Das Beispiel 2 wurde wiederholt, wobei 2 Gew.-% des TAED durch ein schaumdämpfend wirkendes Polydimethylsiloxan (SiO_2-Gehalt ca. 4 %) ersetzt wurde. Der Anteil der Siebfraktion zwischen 0,4 und 1,6 mm stieg auf Kosten des Staubanteils auf 76 Gew.-% an. Hinsichtlich der Pulver-, Lager- und Löslichkeitseigenschaften war das Produkt dem des Beispiels 1 gleichwertig. Als 2,5-gewichtsprozentiger Mischungsbestandteil eines Haushaltswaschmittels konventioneller, jedoch von sonstigen Schaumdämpfungsmiteln freier Zusammensetzung (Silikongehalt der Aufmischung 0,05 Gew.-%), erwies es sich heben seiner Eigenschaft als Bleichkraftverstärker als ein das Überschäumen der Waschlauge wirksam verhinderndes Schaumdämpfungsmittel.

Beispiel 4

Durch Lösen bzw. Vermischen von

5,0 Gewichtsteilen CMC
89,95 Gewichtsteilen TAED
0,05 Gewichtsteilen Bläuungsmittel
5,0 Gewichtsteilen Talgfettalkohol + 5 EO in
130 Gewichtsteilen Wasser

wurden bei einer Mischzeit von 15 Minuten ein Slurry hergestellt, der mit einem Durchsatz von 1,5 t/h über Düsen im Sprühturm im Gegenstromprinzip bei einer Lufteingangstemperatur von 135 °C und einer Luftausgangstemperatur von 68 °C auf einen Restfeuchtegehalt von 1,5 Gew.-% getrocknet. Die Ausbeute an Siebfraktion zwischen 0,4 und 0,6 mm betrug 80,8 Gew.-%. Das Produkt erwies sich als gut rieselfähig, lagerstabil und leichtlöslich.

Beispiel 5

Beispiel 4 wurde wiederholt, wobei jedoch das TAED durch TAGU ersetzt wurde. Der Anteil der Siebfraktion zwischen 0,4 und 1,6 mm betrug 78,5 %. Im übrigen entsprach das Sprühprodukt hinsichtlich seiner Eigenschaften dem des Beispiels 4.

Ansprüche

1. Verfahren zur Herstellung umhüllter körniger Bleichaktivatoren, dadurch gekennzeichnet, daß man eine pumpfähige wäßrige Aufschlämmung, enthaltend 1 bis 1,7 Gewichtsteile Wasser auf 1 Gewichtsteil eines Gemisches aus

A) einem pulverförmigen Bleichaktivator aus der Klasse der N- bzw. O-Acylverbindungen und

B) mindestens einer Verbindung aus der Klasse der wasserlöslichen Celluloseether, Stärke und Stärkeether,

wobei das Gewichtsverhältnis von (A) : (B) 99 : 1 bis 90 : 10 beträgt, in einem Trockenraum versprüht, in dem ein Trockengasstrom mit einer Eingangstemperatur von 100° bis 200 °C und einer Austrittstemperatur von 40° bis 120 °C unterhalten wird und das Sprühprodukt auf einen Feuchtigkeitsgehalt von 3 Gew.-% oder weniger trocknet.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man als Bleichaktivator (Komponente A) Tetraacetylethylendiamin einsetzt.

3. Verfahren nach den Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß der Bleichaktivator die folgende, durch Siebanalyse bestimmte Korngröße aufweist :

0 Gew.-% über 1,5 mm
10-50, vorzugsweise 15-40 Gew.-% mit 1,5-0,2 mm
15-60, vorzugsweise 20-50 Gew.-% mit 0,2-0,09 mm
5-50, vorzugsweise 10-40 Gew.-% mit 0,09-0,03 mm
bis 30 Gew.-% unter 0,03 mm.

4. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß man als Komponente B Carboxymethylcellulose als Natriumsalz einsetzt.

5. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß das Gewichtsverhältnis von A : B = 97 : 3 bis 93 : 7 beträgt.

6. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß das Gewichtsverhältnis von Wasser zu Feststoffen 1,5 : 1 bis 1,3 : 1 beträgt.

7. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß das Trockengas im Gegenstrom geleitet wird und eine Eintrittstemperatur von 120 bis 150 °C und eine Austrittstemperatur von 50 bis 85 °C aufweist.

8. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß man dem wäßrigen Ansatz 0,5 bis 5, vorzugsweise 1 bis 4 Gew.-%, bezogen auf Feststoffe, an schaumdämpfend wirkenden Organopolysiloxanen zusetzt.

9. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß man dem wäßrigen Ansatz bis zu 20 Gew.-%, bezogen auf Feststoffe, an nichtionischen Tensiden zusetzt.

Claims

1. A process for the production of coated granular bleach activators, characterized in that a pumpable aqueous suspension containing from 1 to 1.7 parts by weight of water to 1 part by weight of a mixture of

A) a powder-form bleach activator from the group of N- or O-acyl compounds and

B) at least one compound from the group of water-soluble cellulose ethers, starch and starch ethers,

the ratio by weight of (A) to (B) amounting to between 99 : 1 and 90 : 10, is sprayed in a drying chamber in which a stream of drying gas with an entry temperature of from 100 to 200 °C and an exit temperature of from 40 to 120 °C is maintained and the sprayed product is dried to a moisture content of 3 % by weight or less.

2. A process as claimed in Claim 1, characterised in that tetraacetyl ethylene diamine is used as the bleach activator (component A).

3. A process as claimed in Claims 1 and 2, characterized in that the bleach activator has the following grain size as determined by sieve analysis :

0 % by weight > 1.5 mm,
10 to 50 and preferably 15 to 40 % by weight : 1.5-0.2 mm
15 to 60 and preferably 20 to 50 % by weight : 0.2-0.09 mm
5 to 50 and preferably 10 to 40 % by weight : 0.09 to 0.03 mm
up to 30 % by weight > 0.03 mm.

4. A process as claimed in Claims 1 to 3, characterized in that carboxymethyl cellulose in the form of the sodium salt is used as component (B).

5. A process as claimed in Claims 1 to 4, characterized in that the ratio by weight of (A) to (B) amounts to between 97 : 3 and 93 : 7.

6. A process as claimed in Claims 1 to 5, characterized in that the ratio by weight of water to solids amounts to between 1.5 : 1 and 1.3 : 1.

7. A process as claimed in Claims 1 to 6, characterized in that the drying gas flows in countercurrent and has an entry temperature of from 120 to 150 °C and an exit temperature of from 50 to 85 °C.

8. A process as claimed in Claims 1 to 7, characterized in that from 0.5 to 5 and preferably from 1 to 4 % by weight, based on solids, of foam-inhibiting organopolysiloxanes are added to the aqueous suspension.

9. A process as claimed in Claims 1 to 8, characterized in that up to 10 % by weight, based on solids, of nonionic surfactants are added to the aqueous suspension.

Revendications

1. Procédé pour la fabrication d'activateurs de blanchiment granulés, enrobés, caractérisé en ce que l'on pulvérise une suspension aqueuse pompable contenant 1 à 1,7 parties en poids d'eau sur une partie en poids d'un mélange de :

A) un activateur de blanchiment pulvérulent de la classe des composés N- ou O-acyl, et

B) au moins un composé de la classe des éthers de cellulose en solution aqueuse, amidons et amidons éthérifiés,

le rapport en poids entre (A) et (B) se montant de 99 : 1 à 90 : 10, dans une chambre sèche, où il est entretenu un courant de gaz sec, avec une température d'entrée de 100 à 200 °C, et une température de sortie de 40 à 120 °C, et sèche le produit pulvérisé jusqu'à une teneur en humidité de 3 % en poids ou moins.

2. Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce que l'on met en œuvre comme activateur de blanchiment (composant A), la tétraacétylènediamine.

3. Procédé suivant les revendications 1 et 2, caractérisé en ce que l'activateur de blanchiment présente les grosseurs de grains suivantes déterminées par analyse granulométrique :

0 % en poids au-dessus de 1,5 mm
10 à 50, de préférence 15 à 40 % en poids de 1,5 à 0,2 mm
15 à 60, de préférence 20 à 50 % en poids de 0,2 à 0,09 mm
5 à 50, de préférence 10 à 40 % en poids de 0,09 à 0,03 mm
jusque 30 % en poids en dessous de 0,03 mm.

4. Procédé suivant les revendications 1 à 3, caractérisé en ce qu'on met en œuvre, comme composant B, de la carboxyméthylcellulose sous forme de sel de sodium.

5. Procédé suivant les revendications 1 à 4, caractérisé en ce que le rapport en poids A : B se monte à 97 : 3 à 93 : 7.

6. Procédé suivant les revendications 1 à 5, caractérisé en ce que le rapport en poids entre l'eau et les matières solides se monte à 1,5 : 1 à 1,3 : 1.

7. Procédé suivant les revendications 1 à 6, caractérisé en ce que le gaz sec est envoyé à contre-courant, et présente une température d'entrée de 120 à 150 °C, et une température de sortie de 50 à 85 °C.

8. Procédé suivant l'une des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que l'on ajoute à la charge aqueuse 0,5 à 5, et de préférence 1 à 4 % en poids, calculé sur les matières solides, d'un organopolysiloxane, agissant comme anti-mousse.

9. Procédé suivant l'une des revendications 1 à 8, caractérisé en ce que l'on ajoute à la charge aqueuse jusqu'à 10 % en poids, calculé sur les matières solides, d'un agent tensio-actif non ionique.