

19



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

11

Veröffentlichungsnummer:

**0 337 330
A2**

12

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

21

Anmeldenummer: **89106222.6**

51

Int. Cl.4: **C11D 11/02**

22

Anmeldetag: **08.04.89**

Ein Antrag gemäss Regel 88 EPÜ auf Berichtigung der Numerierung der Patentansprüche, und zwar Anspruch 7 statt "nach Anspruch 1 bis 7" richtig "nach Anspruch 1 bis 6"; Anspruch 9 lautet richtig Anspruch 8, liegt vor.

Über diesen Antrag wird im Laufe des Verfahrens vor der Prüfungsabteilung eine Entscheidung getroffen werden (Richtlinien für die Prüfung im EPA, A-V, 2.2).

30

Priorität: **15.04.88 DE 3812530**

43

Veröffentlichungstag der Anmeldung:
18.10.89 Patentblatt 89/42

84

Benannte Vertragsstaaten:
AT BE CH DE ES FR IT LI NL

71

Anmelder: **Henkel Kommanditgesellschaft auf Aktien**
Postfach 1100 Henkelstrasse 67
D-4000 Düsseldorf 1(DE)

72

Erfinder: **Jacobs, Jochen, Dr.**
Am Acker 20
D-5600 Wuppertal 1(DE)
Erfinder: **Jahnke, Ulrich, Dr.**
Robert-Koch-Strasse 5
D-4019 Monheim(DE)
Erfinder: **Jung, Dieter, Dr.**
Am Eichelkamp 199
D-4010 Hilden(DE)
Erfinder: **Löffelmann, Rudolf**
Erlenweg 44
D-4018 Langenfeld(DE)
Erfinder: **Adler, Wilfried, Dr.**
Schlehdornweg 30
D-5657 Haan(DE)

54

Verfahren zur Erhöhung der Dichte sprühgetrockneter, phosphatreduzierter Waschmittel.

57

Zwecks Erhöhung der Dichte eines phosphatreduzierten Waschmittels mit einem Gehalt an

(A) 4 bis 20 Gew.-% mindestens eines anionaktiven Tensids,

(B) 2 bis 20 Gew.-% mindestens eines nichtionischen Tensids,

(C) 20 bis 50 Gew.-% mindestens einer Buildersubstanz,

(D) 3 bis 25 Gew.-% Waschalkalien,

(E) 0 bis 30 Gew.-% an sonstigen, der Heißsprühtrocknung zugänglichen Waschmittelbestandteilen,

wird zunächst ein Pulver durch Sprühtrocknung hergestellt, das nur einen Teil, höchstens jedoch 5 Gew.-% des nichtionischen Tensids enthält und ein Schüttgewicht von wenigstens 350 g/Liter aufweist. Das Pulver wird anschließend kontinuierlich in eine zylindrische, horizontal angeordnete Mischtrommel eingeführt, in welcher axial eine Welle rotiert, die mit radial angeordneten Schlagwerkzeugen definierter Länge ausgestattet ist. Die Rotationsgeschwindigkeit der Welle wird so reguliert, daß bei einer mittleren Verweilzeit des Pulvers in der Trommel von 10 bis 60 sec. und konstantem Pulverdurchsatz die Froude-Zahl zwischen 50 und 1 000 liegt. Gleichzeitig wird das restliche nichtionische Tensid in flüssiger Form in den Mischer eingeführt.

EP 0 337 330 A2

Verfahren zur Erhöhung der Dichte sprühgetrockneter, phosphatreduzierter Waschmittel

Sprühgetrocknete Waschmittel üblicher Zusammensetzung weisen, je nach Zusammensetzung und Arbeitsweise, im allgemeinen Schüttgewichte von 250 bis 450 g/l (Gramm pro Liter) und nur in Ausnahmefällen von 480 g/l auf. In neuerer Zeit haben Pulver mit höheren Schüttgewichten, beispielsweise von 550 bis 750 g/l in zunehmendem Maße an Interesse gefunden, da sie weniger Verpackungsmaterial erfordern und somit eine Rohstoffersparnis sowie eine Abfallreduzierung ermöglichen.

Es sind darüberhinaus sprühgetrocknete Waschmittel mit Schüttgewichten zwischen 550 und 900 g/l und Verfahren zu ihrer Herstellung bekannt, z. B. aus EP 120 492 (US 45 52 681) jedoch handelt es sich um spezielle, an nichtionischen Tensiden reiche Zusammensetzungen. Ein Zusatz an anionischen Tensiden, insbesondere Seifen, bewirkt eine starke Abnahme des Schüttgewichts auf Werte unter 500 g/l. Auch eine Aufbau-Granulation einzelner Waschmittelbestandteile unter Zusatz von Granulierflüssigkeiten, wie Wasser oder Alkalisilikat-Lösungen, begünstigt hohe Schüttgewichte. Die Granulierung mit Wasser erfordert aber in aller Regel die Anwesenheit größerer Anteile an Kristallwasser bindenden Salzen, meist von Phosphaten wie Tripolyphosphat oder von Soda. Dies bedeutet jedoch ebenfalls eine Einschränkung hinsichtlich der Rezepturfreiheit und erschwert die Herstellung P-freier oder P-armer Waschmittel. Auch das Aufsprühen von nichtionischen Tensiden auf sprühgetrocknete oder granuliertes Pulver erhöht dessen Schüttgewicht, jedoch bleibt die Zunahme im allgemeinen gering. Sofern größere Anteile davon angewendet werden, besteht jedoch die Gefahr, daß die Granulate klebrig werden, sofern nicht speziell zusammengesetzte Basis-Pulver mit hoher Saugfähigkeit eingesetzt werden, was ebenfalls die Rezepturfreiheit einengt.

Die DE-A-25 48 639 lehrt ein Verfahren zur Schüttgewichtserhöhung von granulierten oder sprühgetrockneten Waschmitteln in einer Vorrichtung, die in der Fachwelt unter der Bezeichnung "Marumerizer" bekannt ist und normalerweise dafür verwendet wird, extrudierte Teilchen von unregelmäßiger Gestalt abzurunden. Dieses Gerät besteht aus einem senkrecht stehenden Zylinder mit glatten Seitenwänden und einem oberflächlich aufgerauten Drehteller, der im unteren Bereich des Zylinders rotiert. Die Vorrichtung ist in erster Linie für intermittierenden Betrieb bestimmt. Die größten verfügbaren Anlagen dieser Art mit einem Durchmesser des Drehtellers von ca. 1 m vermögen nur eine Charge von maximal 45 bis 50 kg Turmpulver aufzunehmen. Bei einer Verweilzeit von ca. 10 Minuten des Pulvers in der Vorrichtung gemäß Beispiel 3 der zitierten DE-A ist der Durchsatz, bezogen auf eine durchschnittliche Stundenleistung eines mittleren Sprühturmes von 5 bis 25 t (Tonnen) viel zu gering, bzw. es bedürfte einer sehr großen Zahl von ständig in Betrieb befindlichen "Marumerizern", um mit der Turmleistung Schritt halten zu können. Andererseits ist es unökonomisch, den Turm einschließlich dem aufwendigen Beheizungssystems nur intermittierend zu betreiben und damit an die geringe Leistung des Granulators anzupassen. Es ist auch nicht zweckmäßig, den Turm nur sporadisch für die Produktion des Vorgranulates zu verwenden, dieses zu bevorraten und den Turm in der Zwischenzeit anderweitig zu nutzen. Die DE-A-25 48 639 lehrt nämlich, daß das Vorgranulat bzw. Sprühpulver kurzfristig, d. h. innerhalb weniger Minuten, im "Marumerizer" weiter verarbeitet werden muß, um eine nennenswerte Pulververdichtung zu erzielen.

Es bestand daher die Aufgabe, die geschilderten Nachteile zu vermeiden und ein Verfahren zu entwickeln, das kontinuierlich arbeitet, höhere Durchsatzmengen und kürzere Verweilzeiten erlaubt, eine größtmögliche Flexibilität hinsichtlich der Menge, der physikalischen Beschaffenheit und der Zusammensetzung der Sprühpulver sowie des Produktionszeitpunktes gewährleistet sowie einen geringeren Investitions- und Energieaufwand erfordert.

Gegenstand der Erfindung, mit der diese Aufgaben gelöst werden, ist ein Verfahren zur Erhöhung der Dichte einer sprühgetrockneten, phosphatreduzierten Waschmittelkomponente mit einem Gehalt an

A) 4 bis 20 Gew.-% mindestens eines anionaktiven Tensids,

B) 2 bis 20 Gew.-% mindestens eines nichtionischen Tensids,

C) 20 bis 50 Gew.-% mindestens einer Buildersubstanz,

D) 3 bis 25 Gew.-% Waschalkalien,

E) 0 bis 30 Gew.-% an sonstigen, der Heißsprühtrocknung zugänglichen Waschmittelbestandteilen,

dadurch gekennzeichnet, daß man das sprühgetrocknete, ein Schüttgewicht von wenigstens 350 g/Liter aufweisende Pulver kontinuierlich in eine zylindrische, horizontal angeordnete oder leicht gegen die Horizontale geneigte zylinderförmige Mischtrommel mit glatter Innenwand einführt, in welcher axial eine Welle rotiert, die mit radial angeordneten Schlagwerkzeugen ausgestattet ist, deren Länge (gerechnet von der Mittelachse) 80 % bis 98 % des Innenradius der Trommel beträgt, und daß man die Rotationsgeschwindigkeit der Welle so reguliert, daß bei einer mittleren Verweilzeit des Pulvers in der Trommel von 10 bis 60 sec. und konstantem Pulverdurchsatz die Froude-Zahl zwischen 50 und 1 000 liegt, wobei man höchstens den halben Anteil des nichtionischen Tensids, höchstens jedoch 5 Gew.-% (auf das Mittel bezogen) in dem

sprühgetrockneten Pulver beläßt und den übrigen Anteil des nichtionischen Tensids in flüssiger Form in den Mischer einführt.

Die Mittel enthalten als Komponente (A) 4 bis 20, vorzugsweise 5 bis 15 Gew.-% mindestens eines anionischen Tensids aus der Klasse der Seifen, Sulfonate und Sulfate.

5 Geeignete Seifen leiten sich von natürlichen oder synthetischen, gesättigten oder einfach ungesättigten Fettsäuren mit 12 bis 22 C-Atomen ab. Geeignet sind insbesondere aus natürlichen Fettsäuren, z. B. Kokos-, Palmkern- oder Talgfettsäuren abgeleitete Seifengemische. Bevorzugt sind solche, die zu 50 bis 100 % aus gesättigten C₁₂₋₁₈-Fettsäureseifen und zu 0 bis 50 % aus Ölsäureseife zusammengesetzt sind. Vorzugsweise beträgt ihr Anteil 8 bis 15 Gew.-%, bezogen auf das Mittel.

10 Brauchbare Tenside vom Sulfonatyp sind lineare Alkylbenzolsulfonate (C₉₋₁₃-Alkyl) und Olefinsulfonate, d.h. Gemische aus Alken- und Hydroxylalkansulfonaten sowie Disulfonaten, wie man sie beispielsweise aus C₁₂₋₁₈-Monoolefinen mit end- oder innenständiger Doppelbindung durch Sulfonieren mit gasförmigem Schwefeltrioxid und anschließende alkalische Hydrolyse der Sulfonierungsprodukte erhält. Geeignet sind auch Alkansulfonate, die aus C₁₂₋₁₈-Alkanen durch Sulfochlorierung oder Sulfoxydation und anschließende

15 Hydrolyse bzw. Neutralisation erhältlich sind, sowie alpha sulfonierte hydrierte Kokos-, Palmkern- oder Talgfettsäuren und deren Methyl- oder Ethylester sowie deren Gemische. Geeignete Tenside vom Sulfatyp sind die Schwefelsäuremonoester aus primären Alkoholen natürlichen und synthetischen Ursprungs, d.h. aus Fettalkoholen, wie z.B. Kokosfettalkoholen, Talgfettalkoholen, Oleylalkohol, Lauryl-, Myristyl-, Palmityl- oder Stearylalkohol, oder den C₁₀₋₁₈-Oxoalkoholen sowie die Schwefelsäureester sekundärer Alkohole dieser Kettenlänge. Auch die Schwefelsäuremonoester der mit 1 bis 3 Mol Ethylenoxid ethoxylierten primären Alkohole bzw. Alkylphenole sind geeignet. Ferner eignen sich sulfatierte Fettsäurealkanamide und sulfatierte Fettsäuremonoglyceride.

20 Sulfonatgruppen enthaltende Tenside sind bevorzugt und unter diesen wiederum die Alkylbenzolsulfonate, Alpha-Sulfofettsäureestersalze und die Alpha-Sulfofettsäureester-disalze. Die anionischen Tenside liegen üblicherweise in Form ihrer Natriumsalze vor. Ihr Anteil, bezogen auf das Mittel, beträgt vorzugsweise 5 bis 15 Gew.-%.

Als nichtionische Tenside (Komponente B) sind Anlagerungsprodukte von 2 bis 20, vorzugsweise 3 bis 15 Mol Ethylenoxid (EO) an 1 Mol einer Verbindung mit im wesentlichen 10 bis 20, insbesondere 12 bis 18 Kohlenstoffatomen aus der Gruppe der Alkohole verwendbar. Geeignete nichtionische Tenside leiten sich

30 von primären Alkoholen ab, z.B. Kokos- oder Talgfettalkohol, Oleylalkohol, Oxoalkohol, oder von sekundären Alkoholen mit 8 bis 18, vorzugsweise 12 bis 18 C-Atomen. Bevorzugt werden Kombinationen von wasserlöslichen nichtionischen Tensiden (Komponente B1) und wasserunlöslichen bzw. in Wasser dispergierbaren nichtionischen Tensiden (Komponente B2) eingesetzt. Zur Komponente B1 zählen solche mit 6 bis 15 EO und einem HLB-Wert von mehr als 11, zur Komponente B2 solche mit 2 bis 6 EO und einem

35 HLB-Wert von 11 oder weniger. Es hat sich als vorteilhaft erwiesen, die Komponente B2 vollständig dem bereits sprühgetrockneten Pulver im Mischer zuzumischen. Die Komponente B1 kann sowohl ganz oder teilweise mitversprüht werden als auch gänzlich oder teilweise im Mischer zudosiert werden.

Die nichtionischen Tenside können auch Propylenglykolether-Gruppen (PO) aufweisen. Diese können endständig angeordnet oder statistisch mit den EO-Gruppen verteilt sein. Bevorzugte Verbindungen dieser

40 Klasse sind solche vom Typ R-(PO)_x-(EO)_y, worin R für den hydrophoben Rest steht, x Zahlen von 0,5 bis 3 und y Zahlen von 3 bis 20 bedeuten.

Als nichtionische Tenside kommen gegebenenfalls auch Ethoxylate von Alkylphenolen, 1,2-Diolen, Fettsäuren und Fettsäureamiden sowie Blockpolymere aus Polypropylenglykol und Polyethylenglykol bzw. alkoxylierte Alkylendiamine (Typ Pluronic und Tetronics) in Betracht. Weiterhin lassen sich die vorbe-

45 schriebenen nichtionischen Tenside vom EO-Typ teilweise durch Alkylpolyglycoside ersetzen. Geeignete Alkylpolyglycoside weisen beispielsweise einen C₈₋₁₆-Alkylrest und eine oligomeren Glycosidrest mit 1,5 bis 6 Glucosegruppen auf. Tenside vom Alkylglycosid-Typ sind vorzugsweise in dem sprühgetrockneten Pulver inkorporiert.

Der Gehalt der Mittel an nichtionischen Tensiden bzw. nichtionischen Tensidgemischen beträgt 2 bis 15

50 Gew.-%, vorzugsweise 3 bis 12 Gew.-% und insbesondere 4 bis 10 Gew.-%.

Die Komponente (C) besteht aus feinkristallinen, synthetischen, wasserhaltigen Zeolithen vom Typ NaA, die ein Calciumbindevermögen im Bereich von 100 bis 200 mg CaO/g (gemäß den Angaben in DE 22 24 837) aufweisen. Ihre Teilchengröße liegt üblicherweise im Bereich von 1 bis 10 µm. Der Gehalt der Mittel an diesen Zeolithen beträgt 10 bis 40, vorzugsweise 15 bis 35 Gew.-%. Der Zeolith kann zum überwiegen-

55 den Teil oder auch vollständig in den Sprühansatz inkorporiert und mitversprüht werden. Vorteilhafter ist es, wenn ein Teil davon während des Mischprozesses in pulvriger Form zugesetzt wird. Dieser Anteil kann bis zu 5 Gew.-%, bezogen auf das Mittel, betragen. Vorzugsweise beträgt er 1 bis 4 Gew.-%. Diese Arbeitsweise führt zu einer weiteren Erhöhung des Schüttgewichtes und verbessert gleichzeitig das

Rieselverhalten des Mittels.

Der Zeolith wird vorzugsweise zusammen mit polyanionischen Co-Buildern verwendet. Hierzu zählen Verbindungen aus der Klasse der Polyphosphonsäuren sowie der homo- bzw. copolymeren Polycarbonsäuren, abgeleitet von Acrylsäure, Methacrylsäure, Maleinsäure und olefinischen ungesättigten, copolymerisierbaren Verbindungen.

Als bevorzugte Phosphonsäuren bzw. phosphonsaure Salze werden 1-Hydroxyethan-1,1-diphosphonat, Ethylendiamintetramethylenphosphonat (EDTMP) und Diethylentriamin-pentamethylenphosphonat, meist in Form ihrer Natriumsalze sowie ihre Gemische eingesetzt. Die eingesetzten Mengen, als freie Säure berechnet, betragen üblicherweise bis 1,5 Gew.-%, bezogen auf die Mittel, vorzugsweise 0,1 bis 0,8 Gew.-%.

Weitere geeignete Co-BUILDER sind Aminopolycarbonsäuren, insbesondere Nitrotriessigsäure, ferner Ethylendiamintetraessigsäure, Diethylentriaminpentaessigsäure sowie deren höhere Homologen. Sie liegen im allgemeinen in Form der Natriumsalze vor. Ihr Anteil kann bis zu 2 Gew.-%, im Falle der Nitrotriessigsäure bis 10 Gew.-% betragen.

Weitere brauchbare Co-BUILDER sind Homopolymere der Acrylsäure und der Methacrylsäure, Copolymere der Acrylsäure mit Methacrylsäure und Copolymere der Acrylsäure, Methacrylsäure oder Maleinsäure mit Vinylethern, wie Vinylmethylether beziehungsweise Vinylethylether, ferner mit Vinylestern, wie Vinylacetat oder Vinylpropionat, Acrylamid, Methacrylamid sowie mit Ethylen, Propylen oder Styrol. In solchen copolymeren Säuren, in denen eine der Komponenten keine Säurefunktion aufweist, beträgt deren Anteil im Interesse einer ausreichenden Wasserlöslichkeit nicht mehr als 70 Molprozent, vorzugsweise weniger als 60 Molprozent. Als besonders geeignet haben sich Copolymere der Acrylsäure beziehungsweise Methacrylsäure mit Maleinsäure erwiesen, wie sie beispielsweise in EP 25 551-B 1 charakterisiert sind. Es handelt sich dabei um Copolymerisate, die 50 bis 90 Gewichtsprozent Acrylsäure enthalten. Besonders bevorzugt sind solche Copolymere, in denen 60 bis 85 Gewichtsprozent Acrylsäure und 40 bis 15 Gew.-% Maleinsäure vorliegen und die ein Molekulargewicht zwischen 30 000 und 120 000 aufweisen.

Brauchbar sind ferner Polyacetalcarbonsäuren, wie sie beispielsweise in den US-Patentschriften 4 144 226 und 4 146 495 beschrieben sind und durch Polymerisation von Estern der Glykolsäure, Einführung stabiler terminaler Endgruppen und Verseifung zu den Natrium- oder Kaliumsalzen erhalten werden. Geeignet sind ferner polymere Säuren, die durch Polymerisation von Acrolein und Disproportionierung des Polymers nach Canizzaro mittels starker Alkalien erhalten werden. Sie sind im wesentlichen aus Acrylsäureeinheiten und Vinylalkoholeinheiten bzw. Acroleineinheiten aufgebaut.

Der Anteil der (co-)polymeren Carbonsäuren bzw. ihrer Salze kann, auf Säure bezogen, bis zu 8 Gew.-%, vorzugsweise 1 bis 6 Gew.-% betragen.

Die genannten Co-BUILDER verhindern aufgrund ihrer komplexierenden und fällungsverzögernden Eigenschaften (sogen. Threshold-Effekt) die Ausbildung von Faserinkrustationen und verbessern die schmutzlösenden und schmutzdispersierenden Eigenschaften der Mittel.

Die Mittel sind vorzugsweise phosphatfrei. In den Fällen, in denen dies aus ökologischen Gründen unbedenklich bzw. zulässig ist, kann jedoch ein Teil des Zeoliths und ein Teil der Co-BUILDER auch durch Polyphosphate, insbesondere Natriumtripolyphosphat (Na-TPP) ersetzt werden. Der Gehalt an Na-TPP soll jedoch nicht mehr als 25 Gew.-%, vorzugsweise weniger als 20 Gew.-% und insbesondere 0 bis höchstens 5 Gew.-% betragen. Das Na-TPP kann über den Sprühansatz mitversprüht werden, wobei in der Regel eine partielle Hydrolyse zu Pyrophosphat und Orthophosphat eintritt. Es kann daher vorteilhaft sein, es in pulvriger Form zusammen mit dem gesprühten Pulver in den Mischer einzugeben und zusammen mit diesem zu verarbeitet werden.

Geeignete Waschalkalien (Komponente D) sind Alkalimetallsilicate, insbesondere Natriumsilicate der Zusammensetzung $\text{Na}_2\text{O} : \text{SiO}_2 = 1 : 1$ bis $1 : 3,5$, vorzugsweise $1 : 2$ bis $1 : 3,35$. Ihr Anteil in den Mitteln kann 0,5 bis 6 Gew.-%, insbesondere 1 bis 3 Gew.-% betragen. Das Natriumsilikat verbessert die Kornstabilität und die Kornstruktur der pulverförmigen bzw. granularen Mittel und wirkt sich günstig auf das Einspül- und Lösungsverhalten der Mittel bei Eingabe in Waschautomaten aus. Außerdem wirkt es antikorrosiv und verbessert das Waschvermögen. Zwar ist bekannt, daß größere Anteile, d.h. solche von mehr als 2 bis 3 Gew.-% an Alkalisilikaten in zeolithhaltigen Waschmitteln zu einem Agglomerieren der Zeolithpartikel führen, die sich auf den Textilien absetzen und deren Aschewert erhöhen und das Aussehen beeinträchtigen können. Bei Anwesenheit von Co-Buildern, insbesondere (co-)polymeren Carbonsäuren wird dieser nachteilige Einfluß jedoch weitgehend aufgehoben, und der aus den genannten Gründen erwünschte Gehalt an Natriumsilikat kann ohne die genannten Nachteile angehoben werden.

Als weitere Waschalkalien (Komponente D) kommt ferner Natriumcarbonat in Frage, dessen Anteil bis zu 15 Gew.-%, vorzugsweise 2 bis 12 Gew.-% und insbesondere 5 bis 10 Gew.-% beträgt. Die Gesamtmenge an Natriumsilikat und Natriumcarbonat beträgt 4 bis 20 Gew.-%, vorzugsweise 5 bis 10 Gew.-% und

insbesondere 7 bis 12 Gew.-%.

Zu den sonstigen Bestandteilen (Komponente E), deren Anteil 0 bis 30 Gew.-%, vorzugsweise 1 bis 25 Gew.-% beträgt, zählen Vergrauungsinhibitoren (Schmutzträger), textilweismachende Stoffe, Farb- und Duftstoffe sowie Neutralsalze, wie Natriumsulfat und Wasser.

5 Als Bestandteil dieser Komponente (E) können die Mittel Vergrauungsinhibitoren enthalten, die den von der Faser abgelösten Schmutz in der Flotte suspendiert halten und so das Vergrauen verhindern. Geeignet sind Celluloseether, wie Carboxymethylcellulose, Methylcellulose, Hydroxyalkylcellulosen und Mischether, wie Methylhydroxyethylcellulose, Methylhydroxypropylcellulose und Methylcarboxymethylcellulose. Geeignet sind ferner Gemische verschiedener Celluloseether, insbesondere Gemische aus Carboxymethylcellulose und Methylcellulose bzw. Methylhydroxyethylcellulose. Ihr Anteil beträgt vorzugsweise 0,3 bis 3 Gew.-%.

10 Geeignete optische Aufheller sind Alkalisalze der 4,4-Bis-(2"-anilino-4"-morpholino-1,3,4-triazinyl-6"-amino)-stilben-2,2'-disulfonsäure oder gleichartig aufgebaute Verbindungen, die anstelle der Morpholinogruppe eine Diethanolaminogruppe tragen. Weiterhin kommen Aufheller vom Typ der substituierten Diphenylstyryle in Frage, z.B. die Alkalisalze des 4,4'-Bis-(2-sulfostryl)-diphenyls, 4,4'-Bis-(4-chlor-3-sulfostryl)-diphenyls und 4-(4-Chlorstryl-4'-(2-sulfostryl)-diphenyls. Sie sind üblicherweise in Mengen von 0,1 bis 1 Gew.-% anwesend.

Als textilweismachende Zusätze eignen sich Schichtsilikate aus der Klasse der Bentonite und Smectite, z.B. solche gemäß DE 23 34 899 und EP 26 529. Geeignet sind ferner synthetische feinteilige Schichtsilikate mit smectitähnlicher Kristallphase und verringertem Quellvermögen der Formel

20 $MgO(M_2O)_a(Al_2O_3)_b(SiO_2)_c(H_2O)_n$

mit M = Natrium, gegebenenfalls zusammen mit Lithium mit der Maßgabe, daß das Molverhältnis Na/Li wenigstens 2 beträgt, a = 0,05 bis 0,4, b = 0 bis 0,3, c = 1,2 bis 2 und n = 0,3 bis 3, wobei $(H_2O)_n$ für das in der Kristallphase gebundene Wasser steht. Geeignet sind ferner synthetische Schichtsilikate, die nach Suspension in Wasser (16 °dH, Raumtemperatur) ein Quellvermögen - bestimmt als Quotient des Sedimentvolumens (V_s)/Gesamtvolumen (V) nach vorheriger Behandlung mit überschüssiger Sodalösung, sorgfältigem Waschen und 20 Stunden nach Aufschlämmung in 9 Gewichtsteilen Wasser/ein Gewichtsteil Schichtsilikat - von V_s/V kleiner als 0,6, insbesondere kleiner als 0,4 besitzen, sowie synthetische Schichtsilikate, die mischkristallin ausgebildet sind und dabei strukturbestimmende saponit- und/oder hectoritähnliche Kristallphasen aufweisen, welche in unregelmäßiger Anordnung mit kristallinem Alkalipolysilikat durchsetzt sind. Derartige Schichtsilikate sind in DE 35 26 405 näher gekennzeichnet. Der Gehalt an Schichtsilikaten kann beispielsweise 5 bis 20 Gew.-% betragen.

Als weismachende Zusätze eignen sich auch langkettige Fettsäurealkanolamide bzw. -dialkanolamide sowie Umsetzungsprodukte von Fettsäuren oder Fettsäurediglyceriden mit 2-Hydroxyethyl-ethylendiamin sowie quartäre Ammoniumsalze, die 1 bis 2 Alkylketten mit 12 - 18 C-Atomen und 2 kurzkettige Alkylreste bzw. Hydroxyalkylreste, vorzugsweise Methylreste, enthalten. Diese weismachenden Zusätze werden dem Pulver vorzugsweise zusammen mit den nichtionischen Tensiden im Mischer zugesetzt, beispielsweise in Anteilen bis zu 10 Gew.-%, vorzugsweise 0,5 bis 5 Gew.-%, bezogen auf das Mittel.

Die Sprühtrocknung der zu verarbeitenden Pulver erfolgt in an sich bekannter Weise durch Versprühen eines Slurry unter hohem Druck mittels Düsen und Entgegenleiten heißer Verbrennungsgase in einem Trockenturm.

40 Das sprühgetrocknete, den Trockenturm verlassende Pulver (im folgenden kurz als "Turmpulver" bezeichnet) soll im Interesse einer gewünschten hohen Enddichte eine Anfangsdichte (Litergewicht) von wenigstens 350 g/l aufweisen. Vorzugsweise beträgt die Dichte des Turmpulvers mindestens 400 g/l. Spezifisch leichte Turmpulver, beispielsweise solche mit einem Gehalt an Zeolith, lassen sich stärker verdichten als solche, die bereits eine höhere Anfangsdichte aufweisen, jedoch erreichen sie insgesamt ein geringeres Endgewicht als relativ schwere Turmpulver.

Hinsichtlich der Korngröße bzw. des Kornspektrums des Turmpulvers bestehen keine besonderen Anforderungen. Vielmehr lassen sich nach dem Verfahren Pulver mit einem breiten wie mit engem Kornspektrum verarbeiten. Es ist auch nicht erforderlich, zuvor Grobanteile aus dem Turmpulver auszuschleiben, so wie dies bei konventionellen Pulvern erforderlich ist. Das Verfahren bewirkt vielmehr, daß grobe Anteile zerkleinert, lockere voluminöse Bestandteile verdichtet, unregelmäßig geformte abgerundet und Feinstanteile kompaktiert werden. Insgesamt bewirkt das Verfahren eine Verringerung der mittleren Korngröße.

Die den Turm verlassenden Pulver können sofort in der erfindungsgemäßen Weise verarbeitet werden. Die Temperatur des Pulvers ist an sich nicht kritisch, insbesondere dann nicht, wenn es gut durchgetrocknet ist, d.h. wenn sein Wassergehalt dem theoretischen Wasserverbindevermögen entspricht oder darunter liegt. Bei plastischen, insbesondere wasserreicheren Pulvern, sollte sie jedoch 50 °C, vorzugsweise 40 °C, nicht übersteigen, so wie sie sich im allgemeinen einstellt, wenn man das Pulver pneumatisch fördert. Das

Pulver kann aber auch beliebig lange zwischengelagert werden, was aber im allgemeinen nur bei Produktionsunterbrechungen eine Rolle spielt. Vorteilhaft ist stets ein kontinuierlicher Materialfluß, wozu sich das erfindungsgemäße Verfahren auf Grund der kontinuierlichen Arbeitsweise besonders eignet.

Das Pulver soll rieselfähig sein und nicht kleben. Jedoch ist auch die Verarbeitung leicht klebender Pulver möglich, wenn man gleichzeitig wasserlösliche, Feuchtigkeit adsorbierende Salze oder ein feinteiliges Adsorptionsmaterial in den Mischer einführt. Geeignete Salze sind z.B. Natriumsulfat, Soda oder Phosphate bzw. Polyphosphate, die in Anteilen bis zu 20 Gew.-%, vorzugsweise bis zu 10 Gew.-% zugemischt werden können. Geeignete Adsorptionsmittel sind Zeolith und feinteilige Kieselsäure. Bevorzugt wird feinteiliger, d.h. eine Teilchengröße von maximal 10 µm aufweisender Zeolith NaA in Anteilen bis 4 Gew.-%, vorzugsweise 0,5 bis 3 Gew.-% zugesetzt.

Die für die Ausübung des Verfahrens verwendete Mischvorrichtung besteht aus einer länglichen Mischtrommel von im wesentlichen zylindrischer Gestalt, die horizontal oder mäßig absteigend gegen die Horizontale gelagert ist und mit mindestens einem Einfüllstutzen bzw. -trichter sowie einer Austragsöffnung ausgestattet ist. Im Inneren ist eine zentrale, drehbare Welle angeordnet, die mehrere radial ausgerichtete Schlagwerkzeuge trägt. Diese sollen beim Rotieren einen gewissen Abstand von der glatten Innenwand der Trommel aufweisen. Die Länge der Schlagwerkzeuge soll 80 % bis 98 %, vorzugsweise 85 % bis 95 % des Innenradius der Mischtrommel betragen.

Die Form der Schlagwerkzeuge kann beliebig sein, d.h. sie können gerade oder abgewinkelt, von einheitlichem Querschnitt oder an ihren Enden zugespitzt, abgerundet oder verbreitert sein. Ihr Querschnitt kann kreisförmig oder eckig mit abgerundeten Kanten sein. Auch können verschieden geformte Werkzeuge kombiniert werden. Bewährt haben sich solche mit tropfen- bis keilförmigem Querschnitt, wobei eine flache, bzw. abgerundete Fläche in die Drehrichtung weist, da mit solchen Werkzeugen der Verdichtungseffekt gegenüber dem Zerkleinerungseffekt überwiegt. Die Werkzeuge können zwecks Vermeidung von Unwuchten diametral paarweise oder sternförmig an der Welle angebracht sein. Als vorteilhaft hat sich eine spiralförmige Anordnung erwiesen. Die Zahl der Werkzeuge ist nicht kritisch, jedoch empfiehlt es sich im Interesse eines hohen Wirkungsgrades sie im Abstand von 5 bis 25 cm anzuordnen. Weiterhin ist es vorteilhaft, sie drehbar auf der Welle zu montieren, wodurch man die Möglichkeit hat, die horizontale Förderung des Mischgutes dadurch zu beeinflussen, daß man eine ebene Seitenfläche der Werkzeuge unter einem schrägen Winkel in Richtung des Materialflusses einstellt. Die Gestalt der Werkzeuge braucht auch nicht einheitlich zu sein, vielmehr ist es möglich, Werkzeuge mit mehr verdichtender und mehr fördernder Wirkung im Wechsel anzuordnen.

Das Fördern des Mischgutes im Mischer kann auch durch zusätzliche Förderschaukeln bewerkstelligt bzw. beschleunigt werden. Diese Förderschaukeln können einzeln oder paarweise zwischen den Mischwerkzeugen angeordnet sein. Der Grad der Förderung kann durch den Anstellwinkel der Schaukeln reguliert werden.

Der Innenradius des Mixers beträgt, in Abhängigkeit vom gewünschten Durchsatz, zweckmäßigerweise 10 bis 60, vorzugsweise 15 bis 50 cm, seine Innenlänge 70 bis 400 cm, vorzugsweise 80 bis 300 cm und das Verhältnis von Innenlänge zu Innenradius 4 : 1 bis 15 : 1, vorzugsweise 5 : 1 bis 10 : 1. Bei diesen Abmessungen beträgt die Zahl der Schlagwerkzeuge üblicherweise 10 bis 100, meist 20 bis 80. Die Innenwand des Zylinders soll blank sein, um ein unerwünschtes Ankleben des Pulvers zu vermeiden. Bei kleineren Abmessungen liegt die Umdrehungsgeschwindigkeit der Welle unter der Berücksichtigung der Froude-Zahl oberhalb 800 Upm (Umdrehungen pro Minute), meist zwischen 1 000 und 3 000 Upm. Bei größeren Mixern kann sie entsprechend reduziert werden.

Die Verweilzeit des Pulvers im Mischer richtet sich nach der Leistungsfähigkeit der Anlage und nach der Größe des angestrebten Effektes. Sie soll nicht weniger als 10 sec und nicht mehr als 60 sec betragen. Vorzugsweise liegt sie bei 20 bis 50 sec. Sie läßt sich durch die Neigung des Mixers, durch die Form und Anordnung der Schlag- und Förderwerkzeuge und in gewissem Maße auch durch die Menge des zugeführten und entnommenen Pulvers beeinflussen. So läßt sich durch eine Verkleinerung des Ausgangsquerschnittes ein gewisser Rückstau und damit eine Verlängerung der Verweilzeit in dem Mischer bewirken. Der Mischer soll so betrieben werden, daß nach der Anlaufzeit ein konstanter Pulverdurchsatz erfolgt, d.h. daß die Menge des zugeführten und des entnommenen Pulvers jederzeit gleichgroß und konstant ist.

Ein wesentliches Maß für den Betrieb des Mixers ist die Froude-Zahl, eine dimensionslose Zahl, die durch die Beziehung

$$\frac{w^2 \cdot r}{g}$$

gegeben ist (w = Winkelgeschwindigkeit, r = Länge der Werkzeuge ab Mittelachse, g = Erdbeschleunigung). Die Froude-Zahl soll 50 bis 1 200, vorzugsweise 100 bis 800 und insbesondere 250 bis 500 betragen.

Als Folge der mechanischen Bearbeitung kann sich das Pulver geringfügig erwärmen. Eine zusätzliche
 5 Kühlung ist jedoch im allgemeinen entbehrlich bzw. nur erforderlich, wenn das zugeführte Pulver bei erhöhter Temperatur zum Kleben neigt. Dieses Problem läßt sich jedoch vorteilhaft durch eine vorherige ausreichende Abkühlung des Turmpulvers, beispielsweise bei der pneumatischen Förderung, lösen.

Die Zuführung des nichtionischen Tensides in den Mischer erfolgt in den Bereich, in dem eine intensive mechanische Bearbeitung des Pulvers stattfindet. Dabei hat es sich als vorteilhaft erwiesen, die Zuführun-
 10 gen in der Mischerwandung anzuordnen. Die sonst allgemeine übliche Anordnung kurzer Sprühdüsen in der hohlen Drehwelle macht bei niedrigen Rotationsgeschwindigkeiten den Einsatz von Sprühdüsen erforderlich, die mit Überdruck arbeiten bzw. nach dem Prinzip des Parfümzerstäubers mit Druckluft betrieben werden. Diese Arbeitsweise erfordert zusätzlich Aufwendungen für Druckpumpen bzw. Entstaubungsanlagen für die aus dem Mischer abgeführte Druckluft. Die Anordnung in der Mischerwandung erfordert keine vergleichba-
 15 ren Investitionen. Das zugeführte nichtionische Tensid kann sich auf der Innenwandung ausbreiten und wird ständig von dem auf die Wandung auftreffenden Pulver aufgenommen, verteilt und adsorbiert. Sofern aufgrund konstruktiver Gegebenheiten das nichtionische Tensid über die hohe Drehwelle zugeführt werden muß, werden die an der Hohlwelle angeordneten Austrittsdüsen vorteilhaft soweit verlängert, daß sie bis in den Pulverstrom hineinragen. Aufgrund der erhöhten Fliehkräfte wird hierdurch eine druckluftfreie Förde-
 20 rung und Zerstäubung des nichtionischen Tensid ermöglicht, das dann von dem Pulverstrom verteilt und aufgenommen wird. Die Zahl der Zuführungen beträgt zweckmäßigerweise 1 bis 10, wobei sie bei einer Anordnung in der Zylinderwandung vorzugsweise seitlich im Bereich des aufsteigenden Pulverstromes angebracht sind. Bei mehreren hintereinander angeordneten Zuführungen sollte die letzte soweit vor der Auslaßöffnung installiert sein, daß das austretende nichtionische Tensid noch homogen verteilt wird.

25 Das nichtionische Tensid wird in flüssiger Form zugeführt. Höhererschmelzende Verbindungen werden zuvor aufgeschmolzen und bei Temperaturen oberhalb des Schmelzpunktes zugeführt. Auch das bewegte Pulver weist zweckmäßigerweise eine Mindesttemperatur auf, die im Bereich des Schmelzpunktes des nichtionischen Tensids bzw. darüber liegt. Dieser Temperaturbereich ist durch eine geeignete Produktführung im Anschluß an die Sprühtrocknung leicht einstellbar.

30 Das nichtionische Tensid kann insgesamt auf diese Weise in das Pulver eingebracht werden. Es ist auch möglich, einen Teil davon dem Sprühsatz zuzusetzen und nur den Rest über den Mischer einzugeben. Grundsätzlich sollen jedoch Tenside mit einem niedrigen Ethoxylierungsgrad (niedrigem HLB-Wert entsprechend Komponente B2) ausschließlich über den Mischer eingearbeitet werden. Der Anteil der über das Turmsprühpulver eingebracht wird, soll höchstens 50 Gew.-%, bezogen auf nichtionisches Tensid,
 35 betragen. Zweckmäßigerweise werden 0,5 bis 6 Gew.-%, insbesondere 1 bis 5 Gew.-% des im Mittel enthaltenen nichtionischen Tensids über den Mischer eingebracht.

Werden die vorgenannten Bedingungen eingehalten, ist eine kontinuierliche, störungsfreie Verfahrensdurchführung mit hohen Durchsätzen möglich. Im Mischer läuft dabei ein Vorgang ab, der wie folgt beschrieben werden kann.

40 Das eingetragene Pulver wird von den rotierenden Schlagwerkzeugen mitgenommen und trifft auf die Mischerinnenwand, ohne an dieser jedoch haften zu bleiben, auch wenn dieser zwischenzeitlich mit einem dünnen Film von nichtionischen Tensiden belegt ist. Dieser Film wird ständig durch das lebhaft bewegte Pulver abgeführt und an diesem adsorbiert. Es bildet sich allenfalls kurzfristig ein dünner Pulverbelag, der sich jedoch ständig erneuert und immer wieder die blanke Innenfläche des Mixers zum Vorschein
 45 kommen läßt. Die Pulverpartikel beschreiben somit eine spiralförmige Bewegung vom Mischereingang zum Mischerausgang. Sofern das Pulver längere Zeit an der Innenwand haftet, so daß sich eine Pulverschicht ausbildet, die von den rotierenden Werkzeugen abgekratzt werden muß, ist das Pulver zu feucht bzw. zu klebrig oder auch zu warm bzw. die örtlich zudosierte Menge an nichtionischem Tensid ist zu hoch. Dieser nichtstationäre Zustand führt dazu, daß das Mischgut sich übermäßig erwärmt und der Mischer sich
 50 vollsetzt. Man kann der Entstehung solcher Beläge durch den beschriebenen Zusatz an Adsorptionsmitteln gegensteuern.

Die erhaltenen Produkte weisen gegenüber dem eingesetzten Turmpulver ein um 50 bis 200 g/l erhöhtes Schüttgewicht auf, sind ausgezeichnet rieselfähig und bedürfen keiner Nachbehandlung, insbeson-
 55 dere keiner Nach Trocknung und keines Absiebens vergrößerter oder klumpiger Agglomerate. Sie können daher unmittelbar nach dem Verlassen des Mixers, ggf. nach Zumischen weiterer Pulverbestandteile wie Bleichmittel (z.B. Natriumperborat als Monohydrat oder Tetrahydrat), Bleichaktivatoren (z.B. granuliertes Tetraacetylenhildiamin), Enzymgranulate, Entschäumer (z.B. auf Trägermaterial aufgebrachte Silikon- oder Paraffin-Entschäumer), unmittelbar in die Versandbehälter abgefüllt werden. Selbstverständlich ist es

auch möglich, zwei oder mehrere getrennt hergestellte Turmpulver unterschiedlicher Zusammensetzung gemeinsam in dem Mischer zu behandeln oder nur eines davon zu verdichten und ein zweites nachträglich beizumischen.

5

Beispiele

Es wurde ein horizontal angeordneter Mischer verwendet, dessen zylindrischer Innenraum einen Radius
 10 von 15 cm und eine Innenlänge von 125 cm aufwies. Im Einlaufbereich (Länge 30 cm) waren an der
 Innenwelle mehrere Förderschaukeln spiralig angeordnet. In der anschließenden Mischstrecke zwischen
 Einlauf und Auslauf waren an der Innenwelle zunächst 5 zugespitzte, an ihren Enden abgewinkelte und
 anschließend 25 weitere Mischwerkzeuge spiralig angebracht, wobei letztere einen keilförmigen Querschnitt
 mit abgerundeten Ecken aufwiesen. Der Abstand der Werkzeuge zur Innenwand des Zylinders betrug 0,5
 15 cm, woraus sich ein Verhältnis von Werkzeuglänge ab Mittelachse zur Innenwand des Mixers von 96,7 %
 des Innenradius ergab. Um die Förderwirkung zu unterstützen, waren zwischen den Mischwerkzeugen
 schräg gestellte Förderschaukeln (Gesamtzahl 10) in spiraliger Anordnung angebracht. In der Wandung des
 Mixers waren im 1. Drittel der Mischstrecke seitlich im Bereich des aufsteigenden Pulverstromes
 insgesamt 4 Zuführungen (Durchmesser ca. 10 mm) im gegenseitigen Abstand von 10 cm angeordnet, über
 20 welche das nichtionische Komponente (b) in den Mischer eingespeist wurde. Die Größe der Ausflußöffnung
 am Austrittsende des Mixers konnte mittels einer Klappe reguliert werden. In den folgenden Beispielen 1
 bis 4 wurde diese Klappe so eingestellt, daß sich im kontinuierlichen Betrieb ein leichter Rückstau und
 damit ein gleichmäßiger Füllungszustand im Mischer bildete. In den Beispielen 1 bis 4 betrug die
 Rotationsgeschwindigkeit ca. 1 500 Upm und die mittlere Verweilzeit betrug 20 bis 60 sec., im Durchschnitt
 25 30 bis 40 sec. Der Mischer wurde mit sprühgetrockneten Pulver beschickt, das nach Verlassen des
 Turmaustrags über eine pneumatische Förderanlage transportiert wurde und eine Temperatur von ca. 30
 ° C bzw. nach einer Zwischenlagerung von 20 bis 25 ° C aufwies.

Die Zusammensetzung der Pulver, die Froude-Zahl und der Durchsatz in Tonnen pro Stunde (t/h) sowie
 das Litergewicht vor und nach der Behandlung sind der Tabelle I zu entnehmen.

30 In den Beispielen 1 bis 3 entfielen die Bestandteile a und d - m sowie das Wasser und der Hauptanteil
 des Natriumsulfats (Bestandteil n) auf das Turmsprühpulver. Das auf 45 ° C erwärmte nichtionische Tensid
 (Bestandteil b) wurde mittels der seitlichen Zuführungen in den Mischer eingeführt. In den Beispielen 1 und
 2 wurde in gleicher Weise ein Gemisch aus Bestandteil b und der Hauptmenge (2 Gew.-%) des
 Bestandteils c eingespeist. Der Rest des Bestandteils c (0,3 Gew.-%) war im Turmpulver enthalten. Der
 35 restliche Anteil des Natriumsulfats sowie die Minderbestandteile dienten als Granuliergrundlage und als
 Hüllsubstanzen für die unter p bis r aufgeführten Bestandteile. Diese wurden zusammen mit dem Perborat
 (das mit dem Parfüm besprüht worden war) nachträglich dem behandelten Pulver zugemischt. Das dadurch
 erzielte Schüttgewicht des jeweiligen Fertiggemisches A ist ebenfalls angegeben (jeweils in g/Liter).

40 In einer weiteren Versuchsreihe wurden jeweils 2 % Zeolith aus der Turmpulver-Rezeptur eliminiert und
 statt dessen als Pulver während des Mischprozesses zugefügt. Es wurden Fertigprodukte B mit noch
 höherem Schüttgewicht erhalten.

Im Beispiel 4 wurden 43 Gewichtsteile Turmpulver, umfassend die Komponenten a, c, d, g, h, i, k und l
 sowie 52 % der Komponente e und 74 % der Komponente f mit 2 Gewichtsteilen der Komponente b im
 Mischer gemäß der in Beispiel 1 - 3 angegebenen Weise verarbeitet. Die übrigen Anteile der Komponenten
 45 e und f sowie Teile der Komponente m (Natriumsulfat, Wasser) lagen als sprühgetrocknetes Granulat vor,
 das mit dem Rest der Komponente b imprägniert war. Dieses Granulat (29 Gewichtsteile) wurde zusammen
 mit den Komponenten n bis s (28 Gewichtsteile), dem im Mischer behandelten Turmpulver (43 Gewichtstei-
 le) nachträglich zugemischt. Es resultierte ein Pulvergemisch mit hervorragender Schüttfähigkeit, das keiner
 Nachbehandlung (Puderung) mit feinteiligem Zeolith bedurfte.

50

Die Abkürzungen bedeuten:

55

Na-ABS	Natriumdodecylbenzolsulfonat (C ₁₀₋₁₃)
FA + x EO	Fettalkohol + x Mol angelagertes Ethylenoxid
STP	Natrium-tripolyphosphat (wasserfrei)
AA-MA	Acrylsäure : Maleinsäure 3 : 1 (MG 70 000)
Phosphonat	Ethylendiamin-tetramethylenphosphonsäure-Na ₆ -Salz
NTA	Ntirlotriessigsäure-Na ₃ -Salz
TAED	Tetraacetylenethyldiamin

Die Pulver erwiesen sich als gut schüttfähig, nicht staubend und lösten sich sowohl beim Einstreuen in Haushaltswaschmaschinen schnell, ohne Klumpenbildung und rückstandsfrei. Bei einem Rütteltest, mit dem eine mechanische Belastung beim Transport der Packungen simuliert wurde, trat keine Entmischung der Pulverkomponenten ein.

Zusammensetzung	1	2	3	4
a Na - ABS	7,0	6,9	7,0	7,0

	b	C ₁₂₋₁₄ -FA + 3 EO	2,5	4,1	4,25	4,3
	c	C ₁₂₋₁₈ -FA + 7 EO	2,3	2,3	-	0,3
5	d	Seife	0,5	0,5	0,8	0,8
<hr/>						
	e	Zeolith NaA	25,0	24,6	26,4	25,5
10	f	AA-MA-Copolymer	4,0	3,9	4,0	4,0
	g	Phosphonat	0,6	0,6	0,2	0,2
	h	Na ₂ CO ₃	7,0	6,9	14,3	9,3
15	i	Na ₂ O · 3,3 SiO ₂	2,1	2,1	1,7	2,1
	j	Celluloseether	1,1	1,1	0,7	0,9
	k	opt. Aufheller	0,1	0,1	0,2	0,2
20	l	Na-Sulfat, Wasser und Minderbestandteile	Rest	Rest	Rest	Rest
<hr/>						
25	m	NaBO ₃ · 4H ₂ O	-	-	15,0	25,0
	n	NaBO ₃ · H ₂ O	10,0	9,8	5,0	-
	o	TAED	3,5	3,4	2,0	2,0
30	p	Enzym	0,5	0,5	0,5	0,6
	q	Silikon	0,2	0,2	0,2	0,2
35	r	Parfüm	0,2	0,2	0,2	0,2
<hr/>						
		<u>Durchsatz (t/h)</u>	1,5	1,5	1,0	1,6
		<u>Froude-Zahl</u>	365	360	385	350
40		<u>Schüttgewicht (g/l)</u>				
		TP vor Verdichtung	590	588	528	420
45		TP nach Verdichtung	630	633	631	510
		Fertiggemisch A	635	680	660	712
		Fertiggemisch B	640	709	680	-
50	<hr/>					

Ansprüche

1. Verfahren zur Erhöhung der Dichte einer sprühgetrockneten, phosphatreduzierten Waschmittelkomponente mit einem Gehalt an
- 5 A) 4 bis 20 Gew.-% mindestens eines anionaktiven Tensids,
 B) 2 bis 20 Gew.-% mindestens eines nichtionischen Tensides,
 C) 20 bis 50 Gew.-% mindestens einer Buildersubstanz,
 D) 3 bis 25 Gew.-% Waschkalkalien,
 E) 0 bis 30 Gew.-% an sonstigen, der Heißsprühtrocknung zugänglichen Waschmittelbestandteilen,
- 10 dadurch gekennzeichnet, daß man das sprühgetrocknete, ein Schüttgewicht von wenigstens 350 g/Liter aufweisende Pulver kontinuierlich in eine zylindrische, horizontale geneigte Mischtrommel mit glatter Innenwand einführt, in welcher axial eine Welle rotiert, die mit radial angeordneten Schlagwerkzeugen ausgestattet ist, deren Länge (gerechnet von der Mittelachse) 80 % bis 98 % des Innenradius der Trommel beträgt, und daß man die Rotationsgeschwindigkeit der Welle so reguliert, daß bei einer mittleren
- 15 Verweilzeit des Pulvers in der Trommel von 10 bis 60 sec. und konstantem Pulverdurchsatz die Froude-Zahl zwischen 50 und 1 000 liegt; wobei man höchstens den halben Anteil des nichtionischen Tensids, höchstens jedoch 5 Gew.-% (auf das Mittel bezogen) in dem sprühgetrockneten Pulver beläßt und den übrigen Anteil des nichtionischen Tensids in flüssiger Form in den Mischer einführt.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Länge der rotierenden Werkzeuge 85
- 20 % bis 96 % des Innenradius der Trommel beträgt.
3. Verfahren nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß das Schüttgewicht des zugeführten Turmpulvers mindestens 400 g/l beträgt.
4. Verfahren nach Anspruch 1 bis 3, daß die mittlere Verweilzeit des Pulvers 20 bis 50 sec. beträgt.
5. Verfahren nach Anspruch 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Froude-Zahl 100 bis 1 000
- 25 beträgt.
6. Verfahren nach Anspruch 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß die Temperatur des Pulvers 50 ° C nicht überschreitet.
7. Verfahren nach Anspruch 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß man dem Pulver 0,5 bis 3 Gew.-% an feinteiligem trockenem Zeolith zumischt.
- 30
9. Verfahren nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß
- 35 man mehrere Pulverkomponenten gleichzeitig verarbeitet.

40

45

50

55