



(19)

Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11)

EP 1 017 776 B1

(12)

EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

- (45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des Hinweises auf die Patenterteilung:
03.12.2003 Patentblatt 2003/49
- (21) Anmeldenummer: **98947521.5**
- (22) Anmeldetag: **05.09.1998**
- (51) Int Cl.7: **C11D 3/39, C11D 3/12,
C11D 17/00**
- (86) Internationale Anmeldenummer:
PCT/EP98/05628
- (87) Internationale Veröffentlichungsnummer:
WO 99/014302 (25.03.1999 Gazette 1999/12)

(54) BLEICHAKTIVATOR-GRANULATE

BLEACHING ACTIVATORS IN THE FORM OF GRANULES

ACTIVATEURS DE BLANCHIMENT SOUS FORME DE GRANULES

- | | | | | | | | |
|---|---|------------------------|------------------------|------------------------|------------------------|-------------------------|------------------------|
| (84) Benannte Vertragsstaaten:
AT BE CH DE DK ES FR GB IT LI NL SE | (72) Erfinder:
<ul style="list-style-type: none">• LÖFFLER, Matthias
D-65527 Niedernhausen (DE)• REINHARDT, Gerd
D-65779 Kelkheim (DE) | | | | | | |
| (30) Priorität: 16.09.1997 DE 19740671 | (56) Entgegenhaltungen:
<table border="0"><tr><td>EP-A- 0 240 057</td><td>EP-A- 0 458 396</td></tr><tr><td>EP-A- 0 464 880</td><td>DE-A- 4 439 039</td></tr><tr><td>DE-A- 19 605 526</td><td>GB-A- 2 294 694</td></tr></table> | EP-A- 0 240 057 | EP-A- 0 458 396 | EP-A- 0 464 880 | DE-A- 4 439 039 | DE-A- 19 605 526 | GB-A- 2 294 694 |
| EP-A- 0 240 057 | EP-A- 0 458 396 | | | | | | |
| EP-A- 0 464 880 | DE-A- 4 439 039 | | | | | | |
| DE-A- 19 605 526 | GB-A- 2 294 694 | | | | | | |
| (43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
12.07.2000 Patentblatt 2000/28 | | | | | | | |
| (73) Patentinhaber: Clariant GmbH
65929 Frankfurt am Main (DE) | | | | | | | |

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents 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).

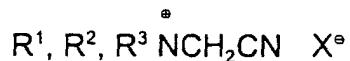
Beschreibung

[0001] Bleichaktivatoren sind wichtige Bestandteile in Waschmitteln, Fleckensalzen und Maschinengeschirrspülmitteln. Sie ermöglichen eine bleichende Wirkung bereits bei Temperaturen unter 60°C, indem sie mit einer Quelle für Wasserstoffperoxid - meist Perborate oder Percarbonate - unter Freisetzung einer organischen Peroxysäure reagieren.

[0002] Als Bleichaktivatoren geeignet sind eine Vielzahl reaktiver organischer Verbindungen mit einer O-Acyl- oder N-Acylgruppe. Repräsentative Beispiele wie N,N,N',N'-Tetraacetylethylendiamin (TAED), Glucosepentaacetat (GPA), Xylosetetraacetat (TAX), Natrium-4-benzyloxybenzolsulfonat (SBOBS), Natriumtrimethylhexanoyloxybenzolsulfonat (STHOBS), Tetraacetylglucouril (TAGU), Tetraacetylcyansäure (TACA), Di-N-acetyltrimethylglyoxin (ADMG) und 1-Phenyl-3-acetylhydantoin (PAH) sind in den Patentschriften GB-A-836 988, GB-A-907 356, EP-A-0 098 129 und EP-A-0 120 591 beschrieben.

[0003] Mittlerweile haben kationische Bleichaktivatoren, die eine quartäre Ammoniumgruppe enthalten, an Bedeutung gewonnen, da sie hocheffektive Bleichaktivatoren sind. Solche kationischen Bleichaktivatoren sind beispielsweise in GB-A-1 382 594, US-A-4 751 015, EP-A-0 284 292 und EP-A-0 331 229 beschrieben.

[0004] Ammoniumnitrite der Formel



wobei R¹, R² und R³ Alkyl-, Alkenyl- oder Arylgruppen bedeuten, bilden dabei eine besondere Klasse kationischer Bleichaktivatoren. Verbindungen dieser Art und deren Verwendung als Bleichaktivatoren in Bleichmitteln sind beschrieben in EP-A-303 520, EP-A-464 880, EP-A-458 396 und US-4 883 917. Bei allen dort beschriebenen Verbindungen ist das Stickstoffatom der Ammoniumgruppe durch Alkyl-, Alkenyl- oder Arylgruppen substituiert. Eine weitere Klasse von Ammoniumnitriten ist in der Deutschen Patentanmeldung 19 605 526 beschrieben.

[0005] Üblicherweise werden Bleichaktivatoren in granulierter Form in Waschmitteln eingesetzt, um eine ausreichende Lagerstabilität zu gewährleisten und um die bleichaktivierende Wirkung erst im Waschgang freizusetzen.

[0006] Zur Granulierung von Bleichaktivatoren sind in der Vergangenheit zahlreiche Hilfsstoffe und Verfahren beschrieben worden. In EP-A-0 037 026 wird ein Verfahren zur Herstellung eines leicht löslichen Aktivatorgranulates mit Aktivgehalten zwischen 90 bis 98 Gew.-% beschrieben. Dazu wird der pulverförmige Bleichaktivator mit ebenfalls pulverförmigen Cellulose- oder Stärkeethern homogen vermischt und anschließend mit Wasser oder einer wässrigen Lösung des Celluloseethers besprüht, gleichzeitig granuliert und anschließend getrocknet.

[0007] Nach EP-A-0 070 474 können ähnliche Granulate hergestellt werden, indem wässrige Aufschlämmungen, enthaltend den Aktivator und den Celluloseether, sprühgetrocknet werden. Granulate bestehend aus Bleichaktivator, Celluloseethern und Zusätzen einer organischen C₃-C₆-Carbon- oder Hydroxycarbonsäure werden in WO 90/01 535 und WO 92/13 798 beschrieben. Während in WO 90/01 535 die organische Carbonsäure in den Granulatkern eingebracht wird, um seine Löslichkeit zu beschleunigen, wird in WO 92/13 798 die Carbonsäure in einer zusätzlichen Coatingstufe auf das fertige Granulat aufgebracht. Der saure Schutzmantel soll ein Spotting des Bleichmittels verhindern und zur Farbschönung des Gewebes beitragen. In WO 94/03 395 wird zum gleichen Zweck die Verwendung saurer Polymerverbindungen mit einer Wasserlöslichkeit > 5 g/l (bei 20°C) und Molmassen von 1000 bis 250 000 beansprucht. Ebenfalls bekannt (GB-A 1 507 312) sind Granulate von Bleichaktivatoren, in denen Gemische von Seifen und freien Fettsäuren als Granulierhilfsmittel zum Einsatz kommen.

[0008] Ein wasserfreies Herstellverfahren ist aus EP-A-0 075 818 bekannt. Dazu wird der Bleichaktivator zusammen mit einem organischen Bindemittel, z.B. einem Fettalkoholethoxylat, durch Kompaktierung unter Druck zu Teilchen mit Durchmessern von 0,5 bis 3 mm verpreßt.

[0009] Für die meisten der genannten Granulierverfahren ist Voraussetzung, daß der zu granulierende Bleichaktivator ein Feststoff ist und einen hohen Schmelzpunkt aufweist. Dies ist notwendig, damit er bei der Herstellung nicht mit dem Binder oder vorhandenem Wasser abreagiert und zersetzt wird. So werden z.B. in DE-OS 2 048 331 solche Aktivatoren bevorzugt, die einen Schmelzpunkt von vorzugsweise mindestens 100°C, insbesondere wenigstens 150°C aufweisen.

[0010] Als Bindemittel wurden bisher überwiegend organische Verbindungen verwendet. Hieraus können sich jedoch Probleme ergeben, die die Verwendung der Granulate einschränken.

[0011] Werden oberflächenaktive Verbindungen eingesetzt, wie Seifen, Fettsäuren, anionische Tenside oder Fettalkoholethoxylate, so sind die damit hergestellten Granulate zum Einsatz in Maschinengeschirrspülmitteln ungeeignet, da unter Waschbedingungen Schaumprobleme auftreten. Dies ist selbst bei Verwendung normalerweise schwach schäumender hochethoxylierter Fettalkohole der Fall. Zum Einsatz in Maschinengeschirrspülmitteln werden daher überwiegend Aktivatorgranulate verwendet, deren Bindemittel aus Celluloseethern besteht. Die biologische Abbaubarkeit dieser Produktgruppe ist jedoch mäßig.

[0012] Ein weiteres Problem stellen geeignete Granulate zum Einsatz in Fleckensalzen dar. Moderne Formulierungen bestehen aus Mischungen von Percarbonat und Bleichaktivator-Granulaten. Um eine exotherme Zersetzung dieser Mischungen bei Herstellung und Lagerung zu unterbinden, werden häufig Inertmaterialien, wie Natriumcarbonat, -hydrogencarbonat oder -sulfat zugegeben. Für diesen Anwendungsbereich wären inerte Binde- oder Coatingmittel von großen Interesse.

[0013] Anorganische Materialien als Träger für Bleichaktivatoren sind an sich bekannt. So wird in DE-OS 2 733 849 die Adsorption flüssiger Aktivatoren, wie Diacetylamin, Diacetylbutylamin oder Acetylcaprolactam, an anorganische Adsorbentien, wie Kieselgur, Magnesium-Aluminium-, Natrium- oder Calciumaluminumsilikate, aktivierte Kieselsäure oder Aluminiumoxid, vorgeschlagen.

[0014] Weiterhin können nach GB-A-2 249 104 Partikel hergestellt werden, in denen ein an sich fester Bleichaktivator in fein verteilter Form auf einem anorganischen Trägermaterial abgelagert ist. Hierzu werden Aktivator und Trägermaterial zunächst innig gemischt und ein organisches Lösemittel (Ethanol oder Toluol) hinzugefügt, wobei der Aktivator in Lösung geht. Durch anschließende Abdestillation des Lösemittels wird der Aktivator in feinst verteilter Form auf dem Träger abgelagert. Die bevorzugte Korngrößenverteilung der erfindungsgemäßen Partikel liegt zwischen 60 und 250 µm.

[0015] Daneben sind aus EP-A-0 240 057 Bleichaktivator-Granulate bekannt, die durch Vermischen eines Aktivators mit anorganischen oder organischen Salzen, filmbildenden Polymeren und geringen Mengen von Smectiten oder Aluminiumsilikaten und anschließender Granulierung in Gegenwart von Wasser hergestellt werden. Nach erfolgter Granulierung ist eine kostenintensive Trockenstufe notwendig, um lagerstabile Granulate zu erhalten.

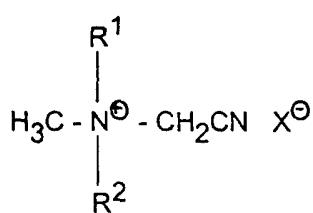
[0016] Bleichaktivatorgranulate, die durch Vermischen und Verpressen von trockenem Bleichaktivator und Smektiten (Bentonit) in Abwesenheit von Wasser erhalten werden, sind aus DE-A 44 39 039 bekannt. Als Bleichaktivator wird dort im wesentlichen nur TAED benutzt. Der Einfluß von TAED auf die Waschleistung ist jedoch im wesentlichen unabhängig davon, ob das TAED in granulierter Form vorliegt oder als Pulver.

[0017] Überraschenderweise wurde nun gefunden, daß bei den Bleichaktivatoren vom Typ des Ammoniumnitrits sehr große Unterschiede hinsichtlich ihrer Waschleistung zwischen der Pulverform und der Granulatform bestehen.

[0018] Gegenstand der Erfindung sind somit Bleichaktivatorgranulate bestehend im wesentlichen aus einem Ammoniumnitril und einem Schichtsilikat.

[0019] Diese Granulate werden erhalten durch Mischen der beiden Komponenten, Verpressen und Zerkleinern der dabei erhaltenen Agglomerate auf die gewünschte Korngröße.

[0020] Für die Granulate können alle Ammoniumnitrile verwendet werden, die in granulierter Form einen Schmelzpunkt oberhalb von 60°C aufweisen. Insbesondere kommen dabei die in der oben erwähnten Literatur beschriebenen Ammoniumnitrile in Frage, insbesondere die in DE 19 605 526 beschriebenen Verbindungen. Ganz besonders bevorzugt sind Verbindungen der Formel



worin R¹ und R² C₁-C₄ Alkyl, vorzugsweise Methyl und X ein Anion, beispielsweise Chlorid oder Methosulfat, bedeuten.

[0021] Granulate können ein oder mehrere dieser Ammoniumnitrile enthalten oder zusätzlich auch Bleichaktivatoren anderer Struktur, beispielsweise N,N,N',N'-Tetraacetylethylendiamin (TAED), Glucosepentaacetat (GPA), Xylosetetraacetat (TAX), Natrium-4-benzoyloxybenzolsulfonat (SBOBS), Natriumtrimethylhexanoyloxybenzolsulfonat (STHOBS), Tetraacetylglucouril (TAGU), Tetraacetylcyansäure (TACA), Di-N-acetyltrimethylglyoxin (ADMG) und 1-Phenyl-3-acetylhydantoin (PAH).

[0022] Als Bindemittel zur Bildung der Granulate dienen Schichtsilikate, insbesondere Smektite wie Montmorillonite, Saponite oder Hectorite mit Ionenaustauschkapazitäten von bevorzugt 50 bis 100 meq/100 g, daneben Illite, Attapulgite und Kaolinite. Besonders bevorzugt sind Bentonite, wie sie unter der Bezeichnung @Laundrosil DGA und Laundrosil EX 0242 der Firma Süd-Chemie, München (DE) im Handel sind. Diese Schichtsilikate können auch in sauer modifizierter Form eingesetzt werden, wie sie in den Handelsprodukten @Tonsil EX 519, Tonsil Optimum 210 FF, Tonsil Standard 310 FF und 314 FF, sowie @Opazil SO der Firma Süd-Chemie, München (DE) zur Verfügung stehen.

[0023] Darüber hinaus können die erfindungsgemäßen Granulate auch noch weitere Hilfsmittel enthalten, wie zum Beispiel solche, die den pH-Wert während der Lagerung und der Anwendung beeinflussen. Dazu zählen organische

Carbonsäuren oder deren Salze, wie Zitronensäure in wasserfreier oder hydratisierter Form, Glycolsäure, Bernsteinäsäre, Maleinsäure oder Milchsäure. Daneben sind auch Zusätze möglich, die das Bleichvermögen beeinflussen, wie Komplexbildner, Polycarboxylate und eisen- bzw. manganhaltige Metallkomplexe, wie in EP-A-0 458 397 und EP-A-0 458 398 beschrieben.

[0024] Das Gewichtsverhältnis von Ammoniumnitril zu anorganischem Bindematerial beträgt üblicherweise 50:50 bis 98:2, vorzugsweise 70:30 bis 96:4. Die Menge eventueller Zusatzstoffe richtet sich insbesondere nach deren Art. So werden acidifizierende Zusätze und organische Katalysatoren zur Leistungssteigerung der Persäure in Mengen von 0 bis 20 Gew.-%, insbesondere in Mengen von 1 bis 10 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht, zugesetzt, Metallkomplexe hingegen in Konzentrationen im ppm Bereich.

[0025] Zur Herstellung der Granulate wird zunächst in einem Mischaggregat (z.B. Pflugscharmischer) die Mischung aus Ammoniumnitril und Bindemittel innig vermischt. In einem zweiten Schritt wird das Gemisch zu größeren Partikeln verpreßt. Geeignet hierfür sind u.a. Walzenkompaktoren. Die Preßlinge werden anschließend der Zerkleinerung (Mahlung) unterworfen und auf die gewünschte Korngröße zerkleinert. Zu diesem Zweck eignen sich Zahnscheibenwalzen und/oder Passiersrebe.

[0026] Feinanteil und Grobgut werden abgesiebt und in den Prozeß zurückgeführt. Während der Grobanteil direkt einer erneuten Zerkleinerung zugeführt wird, wird der Feinanteil der Kompaktierstufe zugesetzt. Die Korngröße des Produktes liegt im allgemeinen im Bereich von 100 bis 2000 µm, vorzugsweise 300 bis 1800 µm. Das Schüttgewicht der erfindungsgemäßen Granulate liegt damit oberhalb 500 kg/m³, vorzugsweise oberhalb 600 kg/m³.

[0027] Die auf diese Weise erhaltenen Granulate sind direkt zum Einsatz in Wasch- und Reinigungsmitteln geeignet. In einer besonderen Verwendungsform können sie jedoch mit einer Coatinghülle versehen werden.

[0028] Hierzu wird das erfindungsgemäße Granulat in einem zusätzlichen Schritt mit einer filmbildenden Substanz umhüllt, wodurch die Produkteigenschaften erheblich beeinflußt werden können.

[0029] Als Coatingmaterial geeignet sind alle filmbildenden Substanzen, wie Wachse, Silikone, Fettsäuren, Seifen, anionische Tenside, nichtionische Tenside, kationische Tenside, sowie anionische und kationische Polymere, z.B. Polyacrylsäuren. Durch Verwendung dieser Coatingmaterialien kann u.a. das Auflöseverhalten verzögert werden, um auf diese Weise Wechselwirkungen zwischen dem Bleichaktivator und dem Enzymsystem zu Beginn des Waschprozesses zu unterbinden. Soll das bestimmungsgemäße Granulat in Maschinengeschrirrspülmitteln Verwendung finden, eignen sich hierzu vor allem Wachse mit Schmelzpunkten von 40 bis 50°C.

[0030] Saure Coatingmaterialien erhöhen die Lagerstabilität der Granulate in hochalkalischen Formulierungen, die Percarbonate enthalten, und unterdrücken Farbschäden durch Spotting. Zusätze eines Farbstoffes sind ebenfalls möglich.

[0031] Das Aufbringen der Coatingmaterialien erfolgt in der Regel durch Aufsprühen der geschmolzenen oder in einem Lösemittel gelösten Coatingmaterialien. Gemäß der Erfindung kann das Coatingmaterial in Mengen von 0 bis 20, vorzugsweise von 1 bis 10 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht auf den erfindungsgemäßen Granulatkern aufgebracht werden.

[0032] Die erfindungsgemäßen Produkte zeichnen sich durch eine gute Lagerstabilität in pulverförmigen Wasch-, Reinigungs- und Desinfektionsmittelformulierungen aus. Sie sind ideal zum Einsatz in Vollwaschmitteln, Fleckensalzen, Maschinengeschrirrspülmitteln, pulverförmigen Allzweckreinigern und Gebißreinigern.

[0033] In diesen Formulierungen werden die erfindungsgemäßen Granulate in Kombination mit einer Wasserstoffperoxidquelle eingesetzt. Beispiele dafür sind Perborat-Monohydrat, Perborat-Tetrahydrat, Percarbonate sowie Wasserstoffperoxid-Addukte an Harnstoff oder Aminoxiden. Daneben kann die Formulierung dem Stand der Technik entsprechend weitere Bestandteile aufweisen, wie organische oder anorganische Builder und Co-Builder, Tenside, Enzyme, optische Aufheller und Parfüm.

45 Herstellungs- und Anwendungsbeispiele

Beispiel 1 (Herstellung)

[0034] In einem 50 l Lötige-Mischer werden jeweils 10 kg einer Mischung aus 92 Gew.-% Ammoniumnitril (Trimethylammoniumacetonitril Toluolsulfonat = Granulat 1 oder N-Cyanomethyl-N-methylpiperazinium Toluolsulfonat = Granulat 2) und 8 Gew.-% Bentonit (@Laundrosil DGA) mit einer Drehzahl von 70 U/min über einen Zeitraum von 10 min intensiv gemischt.

Diese homogene Mischung wird anschließend auf einem Walzenkompaktor Pharmapaktor (Fa. Bepex (DE)) mit einer Preßkraft von 50 bis 60 kN zu Schülpen verpreßt, die dann in einer zweistufigen Mahlung, Vormahlung mit Zahnscheibenwalzen (Fa. Alexanderwerk (DE)) und Zerkleinerung in einem Passiersieb (Fa. Frewitt (DE)) bei einer Maschenweite von 2000 µm zerkleinert werden.

Man erhält 5,3 kg Granulat mit einer Korngrößenverteilung von 200 bis 1600 µm (Ausbeute: 53 %), sowie 2,8 kg Feinanteil < 200 µm (28 %), die durch erneute Kompaktierung rezykliert werden können, und 1,9 kg Grobanteil > 1600

µm (19 %), die durch erneute Mahlung aufgearbeitet werden können.

Beispiel 2 (Lagerstabilität)

- 5 [0035] Zur Bestimmung der Lagerstabilität wurden 10 g Standardwaschmittel WMP ohne Bleichsystem (WfK (DE)) mit 1,5 g Natriumperborat-Monohydrat und 0,5 g Aktivator bzw. Aktivatorgranulat enthaltend 0,5 g Aktivator homogen vermischt und die Mischung anschließend in Faltschachteln bei 38°C und 80 % relativer Luftfeuchtigkeit im Klimaschrank gelagert (Schnelltest). In bestimmten Zeitabständen wurde der verbleibende Aktivator-Gehalt durch iodometrische Titration ermittelt.
- 10 15 Als Aktivatoren wurden Trimethylammoniumacetonitril Toluolsulfonat (1) und N-Cyanomethyl-N-methylpiperazinium Toluolsulfonat (2) jeweils als Pulver sowie als Aktivatorgranulate Granulat 1 und Granulat 2 gemäß Beispiel 1 verwendet.

Tabelle 1

Tag	Restgehalt Aktivator (%)			
	Ammoniumnitril 1	Ammoniumnitril 2	Granulat 1	Granulat 2
2	98	92	98	98
7	72	69	92	93
10	41	37	87	85
14	20	14	82	80

- 20 [0036] Dieses Beispiel zeigt, daß die Ammoniumnitrile in pulverisierter Form schnell an Aktivgehalt verlieren. in granulierter Form dagegen sind die Aktivatoren lagerstabil.

Beispiel 3 (Bleichaktivität)

- 25 [0037] Die Bleichaktivität der erfindungsgemäßen Granulate wurde unter praxisnahen Bedingungen in einer Mehrkomponenten-Waschmaschine Öko-Lavamat 6753 (AEG, Nürnberg) an Bleichtestgeweben in Gegenwart reiner Testwäsche geprüft. Entsprechend der Dosievorschrift für Wasserhärtebereich 3 wurden 70 g Referenzwaschmittel (WMP) in die dafür vorgesehenen Einspülkammern der Waschmaschine gegeben. Als Bleichkomponente wurden in die dafür vorgesehene Einspülkammer 8,0 g Percarbonat gegeben sowie 2,93 g Bleichaktivatorgranulat 1 (92 %ig) gemäß Beispiel 1,
- 30 35 3,37 g Bleichaktivatorgranulat 2 (92 %ig) gemäß Beispiel 1, 2,52 g Bleichaktivatorgranulat 3 (92 %ig) auf Basis TAED gemäß Beispiel 1 aus DE-A 44 39 039.

- [0038] Zum Vergleich wurden die Ammoniumnitrile Trimethylammoniumacetonitril Toluolsulfonat (1) und N-Cyanomethyl-N-methylpiperazinium Toluolsulfonat (2) sowie TAED (3) in nicht granulierter Form geprüft:
 2,7 g Bleichaktivator Pulver 1
 3,1 g Bleichaktivator Pulver 2
 40 45 2,3 g Bleichaktivator TAED Pulver
 [0039] Als Ballaststoff wurden 2 kg Frotteegewebe verwendet, als Testanschmutzungen 10 bleichbare Anschmutzungen (Tee, Rotwein, Curry, Gras der Wäschereiforschung Krefeld). Die Wäsche wurde im Hauptwaschgang bei 40°C gewaschen. Die Auswertung erfolgt durch Bestimmung des Weißgrades nach der Wäsche durch Addition der Remissionsdifferenzen, gemessen mit ELREPHO 2000 (Datacolor).

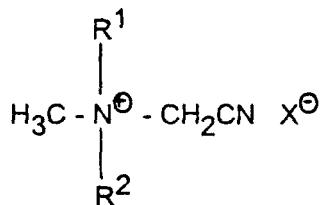
Tabelle 2

Remissionsdifferenzen					
Granulat 1	Granulat 2	Granulat 3	Pulver 1	Pulver 2	Pulver 3
310	285	194	55	63	200
T = 40°C; Tee, Rotwein, Curry, Gras					

- 50 55 [0040] Dieses Beispiel zeigt, daß bei den Ammoniumnitrilen durch die Granulierung eine sehr wesentliche Steigerung der Bleichleistung erreicht werden kann. Dies ist überraschend, weil bei dem in der Praxis weit verbreiteten Aktivator TAED die Granulierung keinen wesentlichen Einfluß auf die Bleichleistung hat.

Patentansprüche

- 5 1. Bleichaktivatorgranulat aus einem oder mehreren Ammoniumnitriilen und Schichtsilikat, erhalten durch Mischen der beiden Komponenten, Verpressen und Zerkleinern der dabei erhaltenen Agglomerate auf die gewünschte Korngröße.
- 10 2. Bleichaktivatorgranulat nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß es zusätzlich zu den Ammoniumnitriilen Bleichaktivatoren anderer Struktur enthält.
- 15 3. Bleichaktivatorgranulat nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß es als Ammoniumnitril eine Verbindung der Formel

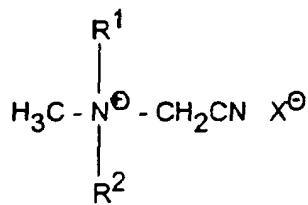


20 enthält, wobei R^1 und R^2 C_1 - C_4 -Alkyl und X ein Anion bedeuten.

- 25 4. Bleichaktivatorgranulat nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß es als Schichtsilikat natürliche oder sauer modifizierte Bentonite enthält.
- 30 5. Bleichaktivatorgranulat nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß es im wesentlichen aus Ammoniumnitril und Schichtsilikat im Gewichtsverhältnis 50:50 bis 98:2 besteht.
- 35 6. Bleichaktivatorgranulat nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß es eine Korngröße von 100 bis 2000 μm aufweist.
- 40 7. Bleichaktivatorgranulat nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Granulat bis zu 20 Gew.-%, bezogen auf das Gewicht des Granulats ein oder mehrere Zusätze in Form von anorganischen Säuren, organischen Säuren, Komplexbildnern, Ketonen und Metallkomplexen enthält.
- 45 8. Wasch-, Reinigungs-, Bleich- und Desinfektionsmittel, enthaltend ein Bleichaktivatorgranulat gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 7.

Claims

- 45 1. Bleach activator granules consisting of one or more ammonium nitriles and phyllosilicate, obtained by mixing the two components, compressing them and comminuting the resulting agglomerates to the desired particle size.
- 50 2. The bleach activator granules as claimed in claim 1, which, in addition to the ammonium nitriles, comprise bleach activators having another structure.
- 55 3. The bleach activator granules as claimed in claim 1, wherein the ammonium nitrile present is a compound of the formula

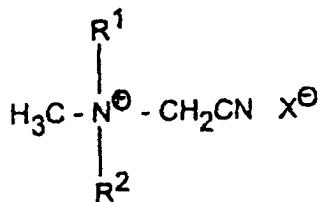


10 in which R¹ and R² are C₁-C₄-alkyl and X is an anion.

- 4. The bleach activator granules as claimed in claim 1, wherein the phyllosilicate present comprises natural or acid-modified bentonites.
- 15 5. The bleach activator granules as claimed in claim 1, which essentially consist of ammonium nitrile and phyllosilicate in the weight ratio from 50:50 to 98:2.
- 6. The bleach activator granules as claimed in claim 1, which have a particle size of from 100 to 2000 µm.
- 20 7. The bleach activator granules as claimed in claim 1, which comprise up to 20% by weight, based on the weight of the granules, of one or more additives in the form of inorganic acids, organic acids, complexing agents, ketones and metal complexes.
- 25 8. A detergent, cleaning composition, bleach or disinfectant comprising bleach activator granules as in one or more of claims 1 to 7.

Revendications

- 30 1. Granulat d'activateur de blanchiment constitué d'un ou de plusieurs ammoniumnitriles et d'un silicate lamellaire, obtenu par mélange des deux composants, pressage et broyage des agglomérats ainsi obtenus à la taille de grains souhaitée.
- 35 2. Granulat d'activateur de blanchiment selon la revendication 1, **caractérisé en ce qu'il contient en plus des ammoniumnitriles des activateurs de blanchiment d'une autre structure.**
3. Granulat d'activateur de blanchiment selon la revendication 1, **caractérisé en ce qu'il contient comme ammoniumnitrile un composé de formule**



50 dans laquelle R¹ et R² représentent un groupe alkyle en C₁ à C₄ et X un anion.

- 4. Granulat d'activateur de blanchiment selon la revendication 1, **caractérisé en ce qu'il contient comme silicate lamellaire des bentonites naturelles ou modifiées par un acide.**
- 5. Granulat d'activateur de blanchiment selon la revendication 1, **caractérisé en ce qu'il est essentiellement constitué d'ammoniumnitrile et de silicate lamellaire dans le rapport en poids 50 : 50 à 98 : 2.**
- 55 6. Granulat d'activateur de blanchiment selon la revendication 1, **caractérisé en ce qu'il présente une taille de grains de 100 à 2000 µm.**

7. Granulat d'activateur de blanchiment selon la revendication 1, **caractérisé en ce que** le granulat contient jusqu'à 20 % en poids, par rapport au poids du granulat d'un ou de plusieurs additifs sous la forme d'acides inorganiques, d'acides organiques, de complexants, de cétones et de complexes métalliques.
- 5 8. Agent détergent, nettoyant, de blanchiment et de désinfection, contenant un granulat d'activateur de blanchiment selon une ou plusieurs des revendications 1 à 7.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55