



(19)

Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 1 126 017 A1

(12)

## EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(43) Veröffentlichungstag:  
**22.08.2001 Patentblatt 2001/34**

(51) Int Cl.<sup>7</sup>: **C11D 11/00, C11D 11/02**

(21) Anmeldenummer: **00103515.3**

(22) Anmeldetag: **18.02.2000**

(84) Benannte Vertragsstaaten:  
**AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU  
MC NL PT SE**  
Benannte Erstreckungsstaaten:  
**AL LT LV MK RO SI**

(71) Anmelder: **Glatt Ingenieurtechnik GmbH  
D-99427 Weimar (DE)**

(72) Erfinder:  

- Jacob, Michael  
99427 Weimar (DE)**
- Rümpler, Karlheinz  
99425 Weimar (DE)**

(74) Vertreter: **Patent- und Rechtsanwaltssozietät,  
Maucher, Börjes & Kollegen  
Dreikönigstrasse 13  
79102 Freiburg i. Br. (DE)**

### (54) Verfahren zur Herstellung von Vollwaschmitteln und Vollwaschmittelkomponenten

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Vollwaschmitteln und Vollwaschmittelkomponenten in Granulat- oder Agglomeratform auf Trockenstoffbasis in einer im wesentlichen horizontal ausgerichteten Wirbelschicht.

Die Aufgabe der Erfindung besteht darin, Waschmittelgranulate oder -agglomerate herzustellen, die sich durch eine homogene Zusammensetzung der aus den einzelnen Rohstoffkomponenten inklusive dem Bindemittel und der Feuchtigkeit auszeichnen, eine hohe Festigkeit gegenüber mechanischer Beanspruchung aufweisen, gut in Wasser dispergierbar und staubarm bis nahezu staubfrei sind.

Erfindungsgemäß wird das dadurch erreicht, daß die Herstellung des Produktes in einer Wirbelschicht erfolgt. Dabei wird dem Feststoff in der Wirbelschicht über ein Bedüfungssystem ein Bindemittel und/oder Kompo-

nenten in Form von Lösungen, Suspensionen oder Schmelzen zugeführt. Durch die über die Prozeßluft eingebrachte Energie erfolgt eine Trocknung und Verfestigung der sich im Bedübungsbereich der Wirbelschicht bildenden Agglomerate/Granulate. Dabei liegt die Zuführungstemperatur der Prozeßluft zwischen 20 °C bis zur Zersetzungstemperatur der beteiligten Stoffe. Durch Einstellung der Trocknungsparameter kann die Produktfeuchte variiert werden. Die durch die Prozeßluft aus der Wirbelschicht mitgerissenen Partikel werden in einer im Wirbelschichtapparat integrierten mit Querschnittserweiterungen versehenen Expansionszone und in einem daran anschließenden Filtersystem von der Luft getrennt und in das Wirbelschichtbett zurückgeführt und dort agglomeriert. Damit entsteht ein staubarmes bzw. staubfreies Produkt mit einem Körnungsbereich von 0,2 bis 2,00 mm.

## Beschreibung

**[0001]** Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Vollwaschmitteln und Vollwaschmittelkomponenten in Granulat- oder Agglomeratform auf Trockenstoffbasis in einer im wesentlichen horizontal ausgerichteten Wirbelschicht.

**[0002]** Es ist bekannt, bei der Produktion von Waschmitteln oder Vollwaschmittelkomponenten die jeweiligen Einzelkomponenten durch Sprühtröcknung oder Sprühgranulierung herzustellen und anschließend die so hergestellten Einzelkomponenten entsprechend der Rezeptur zu vermischen. Eine Vereinigung von unterschiedlichen Einzelpartikeln erfolgt dabei bei der Vermischung nicht.

**[0003]** Nachteilig ist, daß je nach Qualität der Mischung der Einzelkomponenten eine mehr oder weniger inhomogene Verteilung der verschiedenen Komponenten erfolgt. Beim Transport und bei der Lagerung kann es leicht zur Entmischung der Komponenten innerhalb der Verpackung bzw. der Container kommen. Durch den hohen Staubanteil und der Neigung zur Entmischung wird die Qualität der Waschmittel bzw. Waschmittelkomponenten erheblich verschlechtert. Dieses wirkt sich sehr nachteilig aus, da diese Stäube in den häufigsten Fällen als gesundheitsschädlich einzustufen sind. Weiterhin besteht mit abnehmender Partikelgröße eine größer werdende Neigung zu Staubexplosionen.

**[0004]** Die Aufgabe der Erfindung besteht darin, ein Verfahren zur Herstellung von Vollwaschmitteln und Vollwaschmittelkomponenten in Granulat- oder Agglomeratform auf Trockenstoffbasis zu entwickeln, das sich gegenüber den bekannten Granulaten durch eine homogene Zusammensetzung der Granulate oder Agglomerate aus den einzelnen Rohstoffkomponenten inklusive dem Bindemittel und der Feuchtigkeit auszeichnet, eine hohe Festigkeit gegenüber mechanischer Beanspruchung aufweist, gut in Wasser dispergierbar und staubarm bis nahezu staubfrei sind.

**[0005]** Die Aufgabe wird erfindungsgemäß mit den Merkmalen des Anspruches 1 gelöst. Vorteilhafte Ausgestaltungen des Verfahrens sind in den Unteransprüchen angegeben.

**[0006]** Die Herstellung des Produktes erfolgt durch Wirbelschichtagglomeration /-granulation in einer im wesentlichen horizontal ausgerichteten Wirbelschicht. Dabei wird dem Feststoff in der Wirbelschicht über ein Bedüngungssystem ein Bindemittel und/oder Komponenten in Form von Lösungen, Suspensionen oder Schmelzen zugeführt. Der Bindemittelgehalt im Produkt kann Werte von 1 bis 35 Mass.-% einnehmen. Durch die über die Prozeßluft eingebrachte Energie erfolgt eine Trocknung und Verfestigung der sich im Bedüngungsbereich der Wirbelschicht bildenden Agglomerate/Granulate. Dabei liegt die Zuführungstemperatur der Prozeßluft zwischen 20 °C bis zur Zersetzungstemperatur der beteiligten Stoffe. Durch Einstellung der Trocknungsparameter kann die Produktfeuchte variiert wer-

den. Werte ab 0 Mass.-% aufwärts je nach Flüssigkeiteintrag sind möglich. Die durch die Prozeßluft aus der Wirbelschicht mitgerissenen Partikel, insbesondere der Feinstaub, werden in einer im Wirbeschichtapparat integrierten mit Querschnittserweiterungen versehenen Expansionszone und in einem daran anschließenden Filtersystem von der Luft getrennt und in das Wirbelschichtbett zurückgeführt und dort agglomeriert. Damit entsteht ein staubarmes bzw. staubfreies Produkt mit einem Körnungsbereich von 0,2 bis 2,00 mm.

**[0007]** Der oben beschriebene Prozeß zur Herstellung des Endproduktes wird in verschiedenen Prozeßstufen wie z.B. Aufheizen, Agglomerieren, Coaten, Trocknen und Kühlen hintereinander in einer ein- oder mehrstufigen Wirbelschicht durchgeführt.

**[0008]** Der Vorteil des erfindungsgemäßen Verfahrens zur Herstellung von Vollwaschmitteln und Vollwaschmittelkomponenten in Granulat- oder Agglomeratform auf Trockenstoffbasis besteht darin, daß durch die Fluidisierung des Materials in der Wirbelschicht eine gleichmäßige homogene Zusammensetzung der einzelnen Granulate oder Agglomerate aus den einzelnen Rohstoffkomponenten einschließlich den Bindemitteln und der entsprechenden Feuchtigkeit entsteht. Eine Entmischung der Komponenten kann dadurch nicht mehr erfolgen.

**[0009]** Das Granulat oder Agglomerat weist eine einheitliche Qualität auf. Die Herstellung der Granulat- oder Agglomerate mittels Wirbelschichtagglomeration /-granulation hat weiterhin den Vorteil, daß ein festes, abriebarmes sowie staubarmes Endprodukt entsteht, das in Wasser gut dispergierbar ist.

**[0010]** Ein weiterer Vorteil des erfindungsgemäßen Verfahrens besteht darin, daß durch die vollkommende Kapselung des Prozesses durch Prozeßführung in einem einzigen Apparat eine Gesundheitsgefährdung durch Kontakt mit den zugeführten Stäuben vermieden wird. Außerdem wird der Bereich der Staubexplosionsgefährdung auf den Innenraum des Wirbelschichtapparates reduziert.

**[0011]** Die Erfindung wird anhand von Ausführungsbeispielen näher erläutert. In der dazugehörigen Zeichnung ist ein Querschnitt durch eine Wirbelschichtgranulationsanlage schematisch dargestellt.

**[0012]** Das Verfahren zur Herstellung von Vollwaschmitteln und Vollwaschmittelkomponenten in Granulat- oder Agglomeratform auf Trockenstoffbasis erfolgt durch Wirbelschichtagglomeration /-granulation einer ein- oder mehrstufigen Wirbelschichtgranulationsanlage, wobei die verschiedenen Prozeßstufen zur Herstellung des Endproduktes wie Aufheizen, Agglomerieren, Coaten, Trocknen und Kühlen hintereinander in einer Wirbelschicht 9 durchgeführt werden.

**[0013]** Das pulverförmige Ausgangsmaterial wird über den Feststoffeintrag 2 und eine Zellenradschleuse 12 als Druckabschluß zur Umgebung der ersten Prozeßstufe im Bereich des Wirbelraums II der Wirbelschicht zugeführt. Entsprechend den spezifischen Ma-

terialbedingungen durchläuft das zugeführte Material unterschiedliche Prozeßstufen wie Aufheizen, Agglomieren, Coaten, Trocknen und Kühlen. Der jeweiligen Prozeßstufe wird Prozeßluft 1 mit unterschiedlichen Temperaturen über die Zuluftkammern 10 und einem Luftverteilungsboden 11 der Wirbelschicht 9 zugeführt. Dabei bilden die Zuluftkammern 10 und der Luftverteilungsboden 11, als obere Begrenzung, den Anströmteil 1, in dem die Prozeßluft 1 in den Wirbelraum II eingebracht, verteilt und vergleichmäßig wird.

**[0014]** Die Temperatur der Prozeßluft 1 für die Agglomeration des Produktes ist abhängig von der Zersetzungstemperatur der einzelnen eingebrachten Stoffkomponenten und liegt entsprechend der Stoffkomponenten zwischen 20 bis 300 °C. Die Prozeßluft 1 für die Kühlung des bereits granulierten und getrockneten Materials wird am Ende der Prozeßstufen vor dem Bereich des Produktaustrages 3 zugeführt. Die Temperatur der Prozeßluft 1 für die Kühlung liegt zwischen - 20 bis + 30 °C und richtet sich auch nach den einzelnen Stoffkomponenten im Endprodukt. Damit werden für das Verfahren optimale Bedingungen in der Wirbelschicht 9 durch Einstellung der jeweiligen Schichttemperatur geschaffen.

**[0015]** Der Wirbelraum II wird in den unteren Bereich durch den Luftverteilungsboden 11 mit im wesentlichen rechteckiger Grundfläche und durch senkrechte bis leicht geneigte Seitenwände gebildet. Dabei können die Seitenwände des Wirbelraums II bis max. 10° von der Senkrechten geneigt angeordnet sein. In dem Wirbelraum II, der von der Prozeßluft 1 von unten nach oben durchströmt wird, befindet sich der fluidisierte Feststoff, der die Wirbelschicht 9 bildet. Im Bereich des Wirbelraums II wird über den gesamten Prozeßbereich mittels eines Sprüh- oder Bedüsingssystems 8 dem Feststoff in der Wirbelschicht 9 ein Bindemittel, Wasser und/oder ein oder mehrere Materialkomponenten in Form von Lösungen, Suspensionen oder Schmelzen zugeführt. Der Trockenstoffanteil im Sprühmedium beträgt dabei 0 bis 100 %, während der Binderanteil im Endprodukt einschließlich Feuchte 1 bis 35 % beträgt.

**[0016]** Das Sprühssystem 8 besteht aus einer bekannten Ein- oder Mehrstoffdüse, wobei die Eindüsrichtung von oben nach unten oder umgekehrt bzw. geneigt erfolgen kann. Durch die Gestaltung des Wirbelraums II und der Zuführung von zusätzlichen Komponenten über das Sprühssystem 8 erfolgt eine homogene Feststoffvermischung, wobei Granulate mit einer homogenen Zusammensetzung aus den jeweiligen Einzelkomponenten gebildet werden.

**[0017]** Oberhalb des Wirbelraums II schließt sich die Expansionszone III an, in der die Strömungsgeschwindigkeit der Prozeßluft 1 durch Querschnittserweiterungen verringert wird. Die Seitenwände der Expansionszone III weisen eine starke Neigung von 15-45° zur Senkrechten auf, so daß eine Querschnittserweiterung bis zum anschließenden Filtersystem IV erfolgt. Durch die Verringerung der Strömungsgeschwindigkeit der

Prozeßluft 1 erfolgt eine Vorabscheidung von aus dem Wirbelraum II mitgerissenen Partikeln, die wieder in den Wirbelraum rückgeführt werden.

**[0018]** An die Expansionszone III schließt sich ein integriertes Filtersystem IV zur Entstaubung der Prozeßluft 1 und zur gleichzeitigen Rückkehrung des Staubes in die darunterliegende Wirbelschicht 9 an. Das Filtersystem IV besteht aus Filterelementen 7, die mechanisch durch die Filterabreinigung 6 und/oder durch Druckluft 5 impulsmäßig gereinigt werden können. Der Einsatz anderer bekannter Filterelemente ist möglich. Durch das integrierte Filtersystem IV wird ein Kontakt mit den Stäuben vermieden und die Staubexplosionsgefährdung auf den Innenraum des Wirbelschichtapparates reduziert.

**[0019]** Die gereinigte Prozeßluft verläßt das System als Abluft 4 während das Fertigprodukt ebenfalls über eine Zellenradschleuse 12 als Druckabschluß über den Produktaustrag 3 aus dem System ausgetragen wird.

**[0020]** Der Anlage können weitere Ausrüstungsteile, beispielsweise zur Explosionsunterdrückung /-entlastung oder zur Unterstützung der Feststoffbewegung z. B. durch Vibrationseinrichtungen, hinzugefügt werden.

**[0021]** In einem konkreten Fall wurde Waschmittel-25-pulver mit einer Körnung kleiner 200 µm in einer Wirbelschicht mit zwei Kammern im Anströmbereich und mit einer Wirbelbodenfläche von 0,2 m<sup>2</sup> agglomeriert.

1. Kammer Agglomeration  
30 Zulufttemperatur 150 °C  
Schichttemperatur 60 °C  
Sprühmedium 30 %ige Binderlösung  
im Produkt

35 10 % Binderanteil  
5 % Wasseranteil

2. Kammer Kühlung  
Kühllufttemperatur 25 °C  
40 Austrittstemperatur Waschmittelagglomerat 35 °C

Aufteilung der Wirbelfläche

**[0022]**

75 % Agglomeration  
25 % Kühlung

**[0023]** Es wurden feste und gleichmäßig homogene Agglomerate mit einer Korngröße von 400 bis 800 µm, ohne Staubanteile < 200 µm erzeugt, die gut in Wasser löslich sind.

**[0024]** Zusammenfassend läßt sich folgendes feststellen:

**[0024]** Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Vollwaschmitteln und Vollwaschmittelkompo-

nenenten in Granulat- oder Agglomeratform auf Trockenstoffbasis in einer im wesentlichen horizontal ausgerichteten Wirbelschicht.

**[0025]** Die Aufgabe der Erfindung besteht darin, Waschmittelgranulate oder - agglomerate herzustellen, die sich durch eine homogene Zusammensetzung der aus den einzelnen Rohstoffkomponenten inklusive dem Bindemittel und der Feuchtigkeit auszeichnen, eine hohe Festigkeit gegenüber mechanischer Beanspruchung aufweisen, gut in Wasser dispergierbar und staubarm bis nahezu staubfrei sind.

**[0026]** Erfindungsgemäß wird das dadurch erreicht, daß die Herstellung des Produktes in einer Wirbelschicht erfolgt. Dabei wird dem Feststoff in der Wirbelschicht über ein Bedüsungssystem ein Bindemittel und/oder Komponenten in Form von Lösungen, Suspensionen oder Schmelzen zugeführt. Durch die über die Prozeßluft eingebrachte Energie erfolgt eine Trocknung und Verfestigung der sich im Bedüsungsbereich der Wirbelschicht bildenden Agglomerate/Granulate. Dabei liegt die Zuführungstemperatur der Prozeßluft zwischen 20 °C bis zur Zersetzungstemperatur der beteiligten Stoffe. Durch Einstellung der Trocknungstemperatur kann die Produktfeuchte variiert werden. Die durch die Prozeßluft aus der Wirbelschicht mitgerissenen Partikel werden in einer im Wirbelschichtapparat integrierten mit Querschnittserweiterungen versehenen Expansionszone und in einem daran anschließenden Filtersystem von der Luft getrennt und in das Wirbelschichtbett zurückgeführt und dort agglomeriert. Damit entsteht ein staubarmes bzw. staubfreies Produkt mit einem Körnungsbereich von 0,2 bis 2,00 mm.

#### Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von Vollwaschmitteln und Vollwaschmittelkomponenten in Granulat- oder Agglomeratform auf Trockenstoffbasis in einer im wesentlichen horizontal ausgerichteten Wirbelschicht, **dadurch gekennzeichnet**,

- a) daß die verschiedenen Prozeßstufen zur Herstellung des Endproduktes wie z.B. Aufheizen, Agglomerieren, Coaten, Trocknen und Kühlen hintereinander in einer ein- oder mehrstufigen Wirbelschicht durchgeführt werden,
- b) daß das pulverförmige Ausgangsmaterial der ersten Prozeßstufe im Bereich des Wirbelraums der Wirbelschicht zugeführt wird,
- c) daß den verschiedenen Prozeßstufen unterhalb der Wirbelschicht die Prozeßluft zugeführt wird, wobei die Prozeß- bzw. Zulufttemperatur für die Agglomeration des Produktes abhängig von der Zersetzungstemperatur der einzelnen Stoffkomponenten des Endproduktes ist und 20 bis 300 °C und die Prozeßluft für die Kühlung - 20 bis + 30 °C beträgt,

d) daß im Bereich des Wirbelraums über den gesamten Prozeßbereich mittels eines Sprüh- oder Bedüsungssystems dem Feststoff in der Wirbelschicht ein Bindemittel, Wasser und/oder ein oder mehrere Materialkomponenten in Form von Lösungen, Suspensionen oder Schmelzen zugeführt werden, wobei der Trockenstoffanteil im Sprühmedium 0 bis 100 % beträgt,

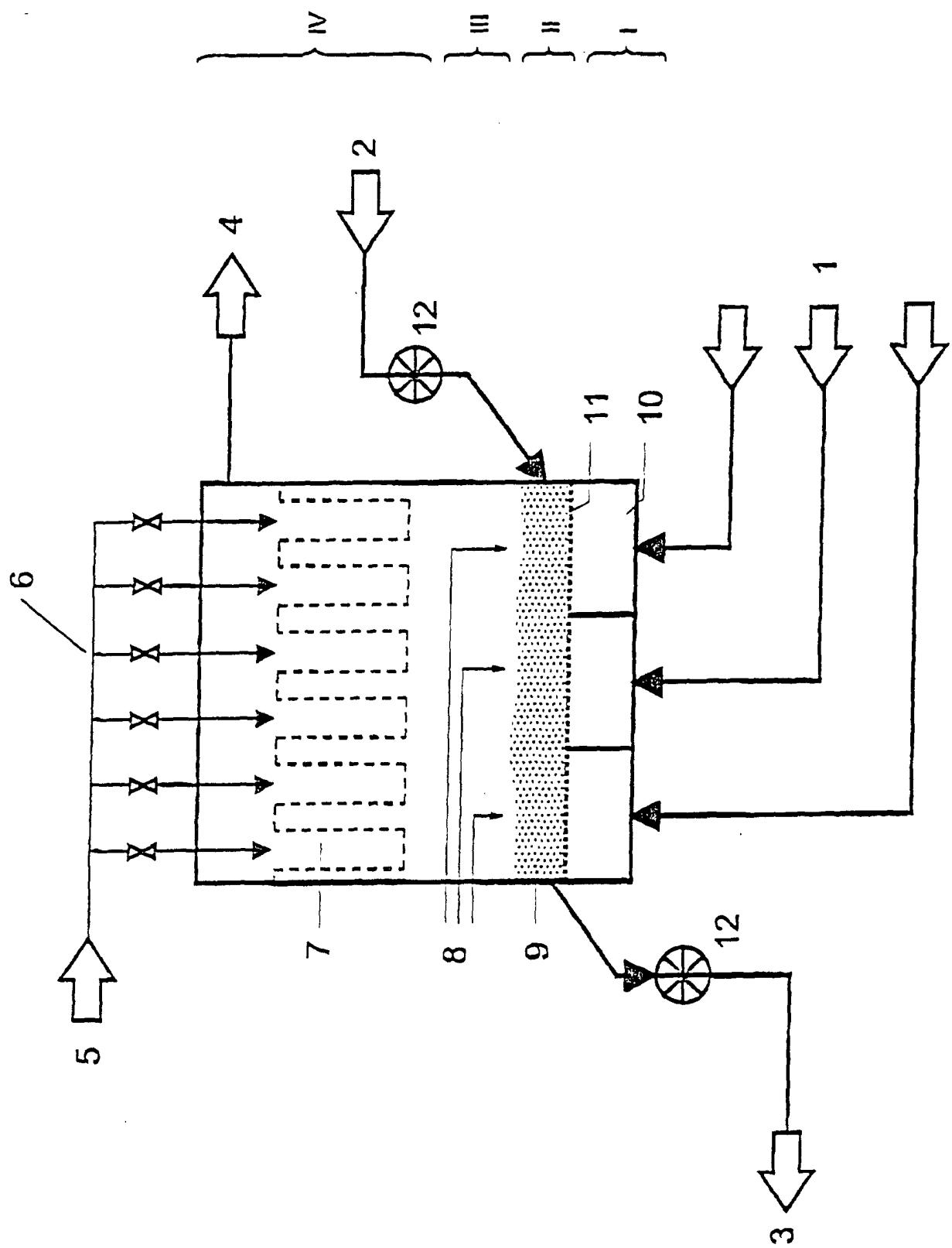
e) daß im Bereich des Wirbelraums durch Fluidisierung eine Feststoffvermischung erfolgt und somit Granulate homogener Zusammensetzung aus den Einzelkomponenten gebildet werden,

f) daß die Strömungsgeschwindigkeit der dem Wirbelraum von unten zugeführten Prozeßluft in der über dem Wirbelraum befindlichen Expansionszone durch Querschnittserweiterungen verringert wird, dabei eine Vorabscheidung von aus dem Wirbelraum mitgerissenen Partikeln und Rückführung der abgeschiedenen Partikel in den Wirbelraum erfolgt,

g) daß die Abscheidung und Rückführung des Prozeßstaubes in den Wirbelraum in einem oberhalb der Expansionszone angrenzenden integrierten Filtersystem mit Abreinigungsmechanismus erfolgt.

2. Verfahren nach Anspruch 1 **dadurch gekennzeichnet**, daß der Binderanteil im Produkt einschließlich Feuchte 1 bis 35 % beträgt.

3. Verfahren nach Anspruch 1 und 2 **dadurch gekennzeichnet**, daß das Einbringen des Rohstoffes in die Wirbelschicht und der Austrag des Fertigproduktes aus der Wirbelschicht unter Druckabschluß zur Umgebung erfolgt.





Europäisches  
Patentamt

**EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT**

Nummer der Anmeldung  
EP 00 10 3515

<b>EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE</b>			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betreff Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int.Cl.7)
A	DE 43 04 015 A (HENKEL KGAA) 18. August 1994 (1994-08-18) * Ansprüche; Beispiele * ----	1-3	C11D11/00 C11D11/02
A	DE 44 22 607 A (HENKEL KGAA) 4. Januar 1996 (1996-01-04) * Ansprüche * ----	1-3	
A	GB 1 341 557 A (DANISH OIL MILLS LTD.) 25. Dezember 1973 (1973-12-25) *, Satz 12 - Satz 19; Ansprüche; Beispiel * ----	1-3	
A	DE 197 50 424 A (HENKEL KGAA) 20. Mai 1999 (1999-05-20) * Ansprüche * -----	1-3	
RECHERCHIERTE SACHGEBiete (Int.Cl.7)			
C11D			
<p>Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt</p>			
Recherchenort	Abschlußdatum der Recherche		Prüfer
DEN HAAG	20. Juli 2000		Grittern, A
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE		<p>T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze      E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist      D : in der Anmeldung angeführtes Dokument      L : aus anderen Gründen angeführtes Dokument      &amp; : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument</p>	
<p>X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet      Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie      A : technologischer Hintergrund      O :ichtschriftliche Offenbarung      P : Zwischenliteratur</p>			

**ANHANG ZUM EUROPÄISCHEN RECHERCHENBERICHT  
ÜBER DIE EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG NR.**

EP 00 10 3515

In diesem Anhang sind die Mitglieder der Patentfamilien der im obengenannten europäischen Recherchenbericht angeführten Patentdokumente angegeben.

Die Angaben über die Familienmitglieder entsprechen dem Stand der Datei des Europäischen Patentamts am  
Diese Angaben dienen nur zur Unterrichtung und erfolgen ohne Gewähr.

20-07-2000

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument		Datum der Veröffentlichung		Mitglied(er) der Patentfamilie		Datum der Veröffentlichung
DE 4304015	A	18-08-1994		AT 152476 T DE 59402607 D WO 9418302 A EP 0683813 A ES 2100699 T JP 8506517 T US 5629275 A		15-05-1997 05-06-1997 18-08-1994 29-11-1995 16-06-1997 16-07-1996 13-05-1997
DE 4422607	A	04-01-1996		DE 59506694 D WO 9600611 A EP 0767703 A ES 2137530 T		30-09-1999 11-01-1996 16-04-1997 16-12-1999
GB 1341557	A	25-12-1973		KEINE		
DE 19750424	A	20-05-1999		WO 9925805 A		27-05-1999