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

(11) EP 1 279 725 A2

(12) EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(43) Veröffentlichungstag:
29.01.2003 Patentblatt 2003/05

(51) Int Cl.[7]: **C11D 3/395**, C11D 11/00

(21) Anmeldenummer: **02016000.8**

(22) Anmeldetag: **18.07.2002**

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

(30) Priorität: **25.07.2001 DE 10136805**

(71) Anmelder: **Clariant GmbH**
65929 Frankfurt am Main (DE)

(72) Erfinder:
- **Borchers, Georg**
  61231 Bad Nauheim (DE)
- **Pilz, Torsten, Dr.**
  61389 Oberreifenberg (DE)

(74) Vertreter: **Hütter, Klaus, Dr.**
Clariant GmbH
Patente, Marken, Lizenzen
Am Unisys-Park 1
65843 Sulzbach (DE)

(54) Verfahren zur Herstellung von Bleichaktivator-Granulaten

(57) Verfahren zur Herstellung von Bleichaktivator-Granulaten, dadurch gekennzeichnet, dass man ein Gemisch aus Bleichaktivator, anionischem oder nichtionischem Tensid und Polyalkylenglykol bei Temperaturen von 40 bis 120°C und einem Druck von 5 bis 30 bar extrudiert und die erhaltenen Extrudate, bei einer Temperatur von 40 bis 120°C auf einem Rondierer granuliert.

EP 1 279 725 A2

Beschreibung

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von zylinderförmigen bis kugelförmige Extrudaten, die Bleichaktivatoren enthalten, mit definierten Partikelgrößen und enger Partikelgrößenverteilung, die ein geringes Abriebverhalten und ein gutes Fließverhalten zeigen.

[0002] Aus zahlreichen Patentschriften sind Verfahren zur Herstellung extrudierter Waschund Reinigungsmittel bekannt. In EP 486 592 wird die Herstellung von extrudierten Formkörpern beschrieben, wobei ein festes und rieselfähiges Vorgemisch unter Einsatz eines Plastifizier- und/ oder Gleitmittels bei Anwendung relativ hoher Drucke zwischen etwa 25 und 200 bar strangförmig verpresst wird. Der Strang weist eine derartige Konsistenz auf, dass er nach Austritt aus der Lochform mittels einer Schneidevorrichtung direkt auf vorbestimmte Granulatdimension geschnitten werden kann. Als Plastifizier- und/ oder Gleitmittel werden insbesondere wässrige Aniontensidpasten, wässrige Polymerlösungen und/oder bei Raumtemperatur flüssige nichtionische Tenside genannt. Die so herstellbaren extrudierten Formkörper weisen im allgemeinen eine Größe bis 2 cm, vorzugsweise bis 0,8 cm auf, wobei das Länge-Durchmesser-Verhältnis vorteilhafterweise zwischen 1 : 1 und 3:1 liegt.

[0003] Wie in WO 99/27061 beschrieben, werden Bleichaktivatoren vorteilhaft in Form zylinderförmiger Extrudate konfektioniert, um die Kompatibilität mit anderen Waschmittelbestandteilen und eine ausreichende Lagerstabilität zu gewährleisten. Man geht davon aus, dass der hochreaktive Bleichaktivator vorwiegend im Inneren des zylinderförmigen Granulates eingebettet ist und die Oberfläche überwiegend aus Bindematerialien und Plastifiziermittel besteht.

Um ein Entmischen der unterschiedlichen Partikel in der Waschmittelformulierung während Transport und Lagerung zu vermeiden, sollte der Partikeldurchmesser zwischen 0,2 mm und 2 mm, bevorzugt zwischen 0,5 mm und 0,8 mm, die Teilchenlänge im Bereich von 0,5 mm bis 3,5 mm, idealerweise zwischen 0,9 mm und 2,5 mm liegen.

Alle bisher beschriebenen Verfahren zur Herstellung von Extrudaten liefern entweder Formkörper mit einer relativ breiten Partikelgrößenverteilung und/oder einem vergleichsweise hohen Staubanteil. Die Partikel weisen an den Schnittstellen scharfe Ecken und Kanten auf, die einen hohen Abrieb mit Staubbildung und ein ungünstiges Fließverhalten verursachen. Erfolgt die Herstellung der Extrudate unter hohen Verdichtungskräften wird das Löseverhalten der Partikel wesentlich beeinträchtigt.

[0004] Die Aufgabe der Erfindung bestand nun darin, zylinderförmige bis kugelförmige Extrudate mit einem Gehalt an Bleichaktivatoren für den Einsatz in Wasch- oder Reinigungsmittel herzustellen, welche eine sehr enge Partikelgrößenverteilung aufweisen und zugleich eine geringe Abriebtendenz, geringe Staubbildung, ein günstiges Fließverhalten, sowie ein gutes Löseverhalten während des Wasch- und Reinigungsvorganges zeigen.

[0005] Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung von Bleichaktivator-Granulaten, dadurch gekennzeichnet, dass man ein Gemisch aus Bleichaktivator, anionischem oder nichtionischem Tensid und Polyalkylenglykol bei Temperaturen von 40 bis 120°C, vorzugsweise 60 bis 80°C und einem Druck von 5 bis 30 bar extrudiert und die erhaltenen Extrudate bei einer Temperatur von 40 bis 120°C, vorzugsweise 60 bis 80°C auf einem Rondierer granuliert.

[0006] Als Bleichaktivatoren kommen beispielsweise in Frage N,N,N',N'-Tetraacetylethylendiamin (TAED), Glucosepentaacetat (GPA), Xylosetetraacetat (TAX), Natrium-4-benzoyloxybenzolsulfonat (SBOBS), Natriumtrimethylhexanoyloxybenzolsulfonat (STHOBS), Tetraacetylglycoluril (TAGU), Tetraacetylcyansäure (TACA), Di-N-acetyldimethylglyoxim (ADMG), 1-Phenyl-3-acetylhydantoin (PAH), Nonanoylcaprolactamphenylsulfonatester (APES), Nitrilotriacetat (NTA), bevorzugt das Natriumsalz von Nonanoyloxybenzolsulphonat (NOBS), das Natriumsalz von 3,5,5-Trimethylhexanoyloxyphenylsulfonat (iso-NOBS) oder das Natriumsalz von Acetoxyphenylsulfonat (ABS).

[0007] Bevorzugte anionische Tenside sind Alkalisalze, Ammoniumsalze, Aminsalze und Salze von Aminoalkoholen von folgenden Verbindungen: Alkylsulfate, Alkylethersulfate, Alkylamid-sulfate und -ethersulfate, Alkylarylpolyethersulfate, Monoglyceridsulfate, Alkylsulfonate, Alkylamidsulfonate, Alkylarylsulfonate, α-Olefinsulfonate, Alkylsulfosuccinate, Alkyläthersulfosuccinate, Alkylamidsulfosuccinate, Alkylsulfoacetate, Alkylpolyglycerin-carboxylate, Alkylphosphate, Alkyletherphosphaten, Alkylsarcosinate, Alkylpolypeptidate, Alkylamidopolypeptidate, Alkylisethionate, Alkyltaurate, Alkylpolyglykolethercarbonsäuren oder Fettsäuren, wie Oleinsäure, Ricinoleinsäure, Palmitinsäure, Stearinsäure, Kopraölsäuresalz oder hydrierte Kopraölsäuresalze. Der Alkylrest all dieser Verbindungen enthält normalerweise 8 - 32, vorzugsweise 8 - 22 C-Atome. Besonders bevorzugt sind lineare geradkettige Alkylbenzolsulfonate, insbesondere mit einer C_8-C_{20}-, besonders bevorzugt mit einer C_{11-13}-Alkylgruppe.

[0008] Als nichtionische Tenside werden polyethoxylierte, polypropoxylierte oder polyglycerinierte Ether von Fettalkoholen, polyethoxylierte, polypropoxylierte und polyglycerinierte Fettsäureester, polyethoxylierte Ester von Fettsäuren und von Sorbit, polyethoxilierte oder polyglycerinierte Fettamide bevorzugt.

[0009] Als Polyalkylenglykole kommen Polyethylenglykole, 1,2-Polypropylenglykole sowie modifizierte Polyethylenglykole und Polypropylenglykole in Betracht. Zu den modifizierten Polyalkylenglykolen zählen insbesondere Sulfate und/oder Disulfate von Polyethylenglykolen oder Polypropylenglykolen mit einer relativen Molekülmasse zwischen 600 und 12000 und insbesondere zwischen 1000 und 4000. Eine weitere Gruppe besteht

aus Mono- und/oder Disuccinaten der Polyalkylenglykole, welche wiederum relative Molekülmassen zwischen 600 und 6000, vorzugsweise zwischen 1000 und 4000 aufweisen. Ferner werden auch ethoxylierte Derivate wie Trimethylolpropan mit 5 bis 30 EO umfasst.

Die vorzugsweise eingesetzten Polyethylenglykole können eine lineare oder verzweigte Struktur aufweisen, wobei insbesondere lineare Polyethylenglykole bevorzugt sind. Zu den insbesondere bevorzugten Polyethylenglykolen gehören solche mit relativen Molekülmassen zwischen 2000 und 12000, vorteilhafterweise um 4000, wobei Polyethylenglykole mit relativen Molekülmassen unterhalb 3500 und oberhalb 5000 insbesondere in Kombination mit Polyethylenglykolen mit einer relativen Molekülmasse um 4000 eingesetzt werden können und derartige Kombinationen vorteilhafterweise zu mehr als 50 Gew.-%, bezogen auf die gesamte Menge der Polyethylenglykole, Polyethylenglykole mit einer relativen Molekülmasse zwischen 3500 und 5000 aufweisen.

Zu den modifizierten Polyethylenglykolen gehören auch ein- oder mehrseitig endgruppenverschlossene Polyethylenglykole, wobei die Endgruppen vorzugsweise C_1-C_{12}-Alkylketten, bevorzugt C_1-C_6, die linear oder verzweigt sein können, darstellen. Einseitig endgruppenverschlossene Polyethylenglykolderivate können auch der Formel Cx(EO)y(PO)z entsprechen, wobei Cx eine Alkylkette mit einer C-Kettenlänge von 1 bis 20, y 50 bis 500 und z 0 bis 20 sein können.

Ebenso geeignet sind niedermolekulare Polyvinylpyrrolidone und Derivate von diesen mit relativen Molekülmassen bis maximal 30 000. Bevorzugt sind hierbei relative Molekülmassenbereiche zwischen 3000 und 30 000. Polyvinylalkohole werden vorzugsweise in Kombination mit Polyethylenglykolen eingesetzt.

[0010] Zur Verbesserung der Plastifizier- und Gleiteigenschaften, aber auch der Abriebfestigkeit der Bleichaktivator-Granulate können zusätzlich eine oder auch mehrere Komponenten zugesetzt, die bei Raumtemperatur flüssig sind oder unter den Verarbeitungsbedingungen als Schmelze vorliegen, beispielsweise lineare oder verzweigte Fettsäuren, insbesondere Nonansäure oder ethoxylierte Fettsäuren mit 2 bis 100 EO.

[0011] Die oben beschriebene Mischung aller Komponenten kann zusätzlich geringe Mengen eines Lösungsmittels enthalten, bevorzugt weniger als 15 Gew.-%, bevorzugt weniger als 10 Gew.-%, besonders bevorzugt weniger als 7 Gew.-%. Bevorzugtes Lösungsmittel ist Wasser.

[0012] Weitere geeignete Zusätze sind Stoffe, die den pH-Wert während Lagerung und Anwendung beeinflussen. Dazu zählen organische Carbonsäuren oder deren Salze, wie Zitronensäure in wasserfreier oder hydratisierter Form, Glykolsäure, Bernsteinsäure, Maleinsäure oder Milchsäure. Daneben sind Zusätze möglich, die das Bleichvermögen beeinflussen, wie Komplexbildner und Übergangsmetallkomplexe, z.B. Eisen-, Cobalt- bzw. Mangan-haltige Metallkomplexe wie in EP-A-0 458 397und EP-A-0 458 398 beschriebene.

[0013] Besonders vorteilhafte Ausführungsformen der Erfindung enthalten als Bleichaktivator das Natriumsalz von Nonanoyloxyphenylsulphonat (NOBS), als Lösungsvermittler lineare geradkettige Alkylbenzolsulfonate, insbesondere mit einer C_8-C_{20}-, besonders bevorzugt mit einer C11-13-Alkylgruppe (LAS), sowie Nonansäure und Polyethylenglykol (PEG) 4000 als Konsistenzgeber und Plastifiziermittel, wobei der Anteil an NOBS 70 Gew.-% bis 90 Gew.-%, bevorzugt 80 Gew.-% bis 87 Gew.-%, besonders bevorzugt 81 Gew.-% bis 85 Gew.-%, an LAS 2 Gew.-% bis 10 Gew.-%, bevorzugt 3 Gew.-% bis 5 Gew.-%, besonders bevorzugt 3,7 Gew.-% bis 4,5 Gew.-%, an Nonansäure 0,1 Gew.-% bis 6 Gew.-%, bevorzugt 1 Gew.-% bis 4 Gew.-%, besonders bevorzugt 2,5 Gew.-% bis 3,5 Gew.-%, an PEG 4000 1 Gew.-% bis 15 Gew.-%, bevorzugt 5 Gew.-% bis 10 Gew.-%, besonders bevorzugt 7 Gew.-% bis 8 Gew.-% beträgt.

[0014] Vorteilhafterweise werden Bleichaktivator, beispielsweise Nonanoyloxyphenylsulphonat (NOBS) und anionischer oder nichtionischer Tensid, beispielsweise Alkylbenzolsulfonat (LAS) pulverförmig vermischt, Plastifiziermittel, beispielsweise Nonansäure und PEG 4000 bei 50 bis 70°C, bevorzugt 60 bis 65°C eingetragen und bei einer Temperatur im Bereich von 60 bis 70°C und einem Druck von 14 bar bis 22 bar strangförmig verpresst. In einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung wird dabei das Gemisch kontinuierlich einem 1-Wellen-Extruder, 2-Wellen-Extruder bzw. 2-Schnecken-Extruder mit gleichlaufender oder gegenlaufender Schneckenführung zugeführt, dessen Gehäuse und dessen Extruder-Granulierkopf auf die vorbestimmte Extrudiertemperatur aufgeheizt sein können. Unter der Schereinwirkung der Extruderschnecken wird das Gemisch unter Druck verdichtet, plastifiziert, in Form von Strängen durch die Lochdüsenplatte im Extruderkopf extrudiert, gegebenenfalls mit feinkörnigem Antibackmittel, beispielsweise TiO2, Kieselsäure, Zeolith, Eigenstaub abgepudert, in grobe Straw-Stücke zerkleinert und auf einen auf 40 bis 120°C, bevorzugt 60 bis 80°C, insbesondere 60 bis 65°C temperierten Rondierer überführt.

[0015] Durch das anschließende Rondierverfahren werden zylinderförmige bis kugelförmige Granulate mit definierten Partikelgrößen und sehr enger Partikelgrößenverteilung erhalten, wobei der Partikeldurchmesser zwischen 0,2 mm und 2 mm, bevorzugt zwischen 0,5 mm und 0,8 mm, die Teilchenlänge im Bereich von 0,5 mm bis 3,5 mm, idealerweise zwischen 0,9 mm und 2,5 mm liegt. Die Extrudate werden direkt auf den Rondierer gegeben oder gegebenenfalls grob vorzerkleinert. In einer bevorzugten Ausführungsform wird der erfindungsgemäße Formungsprozess kontinuierlich im Kaskadenbetrieb durchgeführt, doch ist auch ein absatzweises Arbeiten möglich.

Größe und Form der Partikel können im Rondierverfahren durch mehrere Parameter beeinflusst und herbeige-

führt werden. Der Formungsprozess wird bestimmt durch die Füllmenge, die Temperatur der Mischung, die Verweilzeit der Mischung im Rondierer, durch die Drehgeschwindigkeit der Rondierscheibe, sowie durch die plastische Verformbarkeit der Mischung.
Mit abnehmender Füllmenge im Rondierer werden kürzere Zylindergranulate und eine engere Verteilung der Partikelgrößen erhalten. Mit abnehmender Temperatur und damit geringer werdender Plastizität werden längere Granulate erhalten, bei weiterer Abkühlung nimmt der Staubanteil stark zu.
Die Verweilzeit der Mischung im Rondierer hängt neben der Plastizität von der Füllmenge ab und beträgt bevorzugt 10 sec. bis 120 sec., besonders bevorzugt 20 sec. bis 60 sec., die Umfangsgeschwindigkeit 10 m/sec. bis 30 m/sec., bevorzugt 12 m/sec. bis 20 m/sec.

[0016] In einer besonderen Ausführungsform wird die Temperatur im Rondierer durch Luftoder Gasstromzufuhr (N2), bevorzugt über die Spaltvorrichtung, gesteuert. Die Temperatur der Luft- bzw. Gasströme beträgt 50 bis 120°C, bevorzugt 60 bis 90°C, so dass je nach Ausführung des Rondierers die gewünschte Arbeitstemperatur im Rondierer aufrecht erhalten werden kann.

[0017] Nach dem Formungsprozess werden die zylindrisch geformten und abgerundeten Partikel in einem nachgeschalteten Apparat, vorzugsweise in einem Fließbettkühler im kalten Luft- oder Gasstrom auf Temperaturen unterhalb 40°C abgekühlt, um ein Verkleben der Granulate zu vermeiden.

[0018] Die so erhaltenen Granulate zeichnen sich durch ein günstiges Fließverhalten, geringen Staubanteil, hoher Abriebfestigkeit aus.
Das Schüttgewicht liegt im Bereich 300 g/l bis 2000 g/l, bevorzugt im Bereich 400 g/l bis 1500 g/l und besonders bevorzugt im Bereich von 500 - 800 g/l.

[0019] Die erfindungsgemäßen erhaltenen Granulate sind direkt zum Einsatz in Waschund Reinigungsmitteln geeignet. Sie können gegebenenfalls mit einer Coatinghülle versehen werden.

[0020] Weitere mögliche Zusätze sind Stoffe, die in der Waschlauge mit der aus dem Aktivator freigesetzten Peroxicarbonsäure unter Bildung reaktiver Zwischenstufen, wie Dioxiranen oder Oxaziridinen, reagieren und auf diese Weise die Reaktivität erhöhen können. Entsprechende Verbindungen sind Ketone und Sulfonimine entsprechend US-A-3 822 114 und EP-A-O 446 982.

[0021] Die Menge des Zusatzstoffes richtet sich insbesondere nach seiner 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.
Die erhaltenen Granulate zeichnen sich durch eine sehr gute Abriebfestigkeit und Lagerstabilität in pulverförmigen Wasch-, Reinigungs- und Desinfektionsmittelformulierungen aus. Sie sind ideal zum Einsatz in Vollwaschmitteln, Fleckensalzen, Maschinengeschirrspülmitteln, pulverförmigen Allzweckreinigern und Gebissreinigern.

[0022] In diesen Formulierungen werden die erfindungsgemäßen Granulate meist in Kombination mit einer Wasserstoffperoxydquelle eingesetzt. Beispiele hierfür sind Perborat-Monohydrat, Perborat-Tetrahydrat, Percarbonate sowie Wasserstoffperoxid-Addukte an Harnstoff oder Aminoxiden. Daneben kann die Formulierung dem Stand der Technik entsprechend weitere Waschmittelbestandteile aufweisen, wie organische und anorganische Builder und Co-Builder, Tenside, Enzyme, Aufheller und Parfüm.

[0023] Nachfolgende Beispiele sollen die Erfindung näher erläutern ohne sie darauf einzuschränken.

[0024] Beispiel 1: Herstellung eines NOBS-Granulates, Wirkstoffanteil: 84,4 Gew.-%

Granulatdurchmesser d	0,7 mm
Granulatlänge l	1,4 mm

844 g des Natriumsalz von Nonanoyloxybenzolsulphonat (NOBS), 50 g lineares C_{11-13}-Alkylbenzolsulfonat, Na-Salz, 31 g Nonansäure und 75 g Polyethylenglykol 4000 werden im Pflugscharmischer (Hersteller Lödige) bei Raumtemperatur bei einer Drehzahl von 120 pro Minute und zugeschaltetem Messerkopf in einem Zeitraum von 150 Sekunden homogen vermischt, auf 65 bis 71°C erwärmt, in einen Einwellen-Domextruder (Hersteller Fitzpatrick) mit einem Bohrungsdurchmesser von 0,7 mm in der Lochmatrize überführt und bei einer Drehzahl der Extruderschnecke von 45 pro Minute, einem Durchsatz von 287 g/min. extrudiert. Anschließend werden 500 g Extrudate bei einer Temperatur von 65 bis 69°C im Batch-Rondierer (Hersteller Schlüter) mit einem Durchmesser von 0,3 m bei einer Drehzahl von 1000 pro Minute, einer Umfangsgeschwindigkeit von 15,71 m/sec und einer Verweilzeit von 40 Sekunden auf die zuvor angegebene Partikelform gebracht. Nach dem Formungsprozess werden die zylindrisch geformten und abgerundeten Partikel in einem nachgeschalteten Apparat, vorzugsweise in einem Fließbettkühler im kalten Luftstrom abgekühlt, um ein Verkleben der Granulate zu vermeiden. 94,9 % der erhaltenen Granulate entsprechen der Zielgröße von d=0,7 mm und einer mittleren Länge von l_{50}=1,37 mm. Die Breite der Längenverteilung liegt im Bereich von l_{10} = 1,03 mm bis l_{90} = 1,66 mm. 5,05% Feinanteil und 0,05% Grobanteil werden abgesiebt, die gesiebte Zielfraktion weist ein Schüttgewicht von 692 g/l auf.

[0025] Beispiel 2: Herstellung eines NOBS-Granulates, Wirkstoffanteil: 85,8 Gew.-%

Granulatdurchmesser d	0,7 mm
Granulatlänge l	1,4 mm

858 g des Natriumsalz von Nonanoyloxybenzolsulphonat (NOBS), 42 g lineares C_{11-13}-Alkylbenzolsulfonat,

Na-Salz, 29 g Nonansäure und 71 g Polyethylenglykol 4000 werden im Pflugscharmischer (Hersteller Lödige) bei Raumtemperatur bei einer Drehzahl von 120 pro Minute und zugeschaltetem Messerkopf in einem Zeitraum von 150 Sekunden homogen vermischt, auf 62 bis 65°C erwärmt, in einen Einwellen-Domextruder (Hersteller Fitzpatrick) mit einem Bohrungsdurchmesser von 0,7 mm in der Lochmatrize überführt und bei einer Drehzahl der Extruderschnecke von 45 pro Minute, einem Durchsatz von 199 g/min. extrudiert. Anschließend werden 1 kg Extrudate bei einer Temperatur von 60 bis 62°C im Batch-Rondierer (Hersteller Schlüter) mit einem Durchmesser von 0,3 m bei einer Drehzahl von 1000 pro Minute, einer Umfangsgeschwindigkeit von 15,71 m/sec und einer Verweilzeit von 40 Sekunden auf die zuvor angegebene Partikelform gebracht. Nach dem Formungsprozess werden die zylindrisch geformten und abgerundeten Partikel in einem nachgeschalteten Apparat, vorzugsweise in einem Fließbettkühler im kalten Luftstrom abgekühlt, um ein Verkleben der Granulate zu vermeiden. 97,37 % der erhaltenen Granulate entsprechen der Zielgröße von d=0,7 mm und l_{50}= 1,45 mm. Die Breite der Längenverteilung liegt im Bereich von l_{10} = 1,03 mm bis l_{90} = 1,93 mm. 2,46 % Feinanteil und 0,17% Grobanteil werden abgesiebt, die gesiebte Zielfraktion weist ein Schüttgewicht von 686 g/l auf.

[0026] Beispiel 3: Herstellung eines TAED-Granulates,

Granulatdurchmesser d	0,7 mm
Granulatlänge l	1,4 mm

675 g Tetraacetylethylendiamin (TAED) und 100,9 g Fettalkoholpolyglykolether C_{16}-C_{18} wurden im Pflugscharmischer (Hersteller Lödige) bei Raumtemperatur bei einer Drehzahl von 120 pro Minute und zugeschaltetem Messerkopf in einem Zeitraum von 150 Sekunden homogen vermischt, auf 65 - 68°C erwärmt, in einen Einwellen-Domextruder (Hersteller Fitzpatrick) mit einem Bohrungsdurchmesser von 0,7 mm in der Lochmatrize überführt und bei einer Drehzahl der Extruderschnecke von 45 pro Minute, einem Durchsatz von 199 g/min, extrudiert. Anschließend wurden 500 g dieser Extrudate bei einer Temperatur von 65 - 69°C im Batch-Rondierer (Hersteller Schlüter) mit einem Durchmesser von 0,3 m bei einer Drehzahl von 1000 pro Minute, einer Umfangsgeschwindigkeit von 22,3 m/sec und einer Verweilzeit von 40 Sekunden auf die zuvor angegebene Partikelform gebracht. Nach dem Formungsprozess wurden die zylindrisch geformten und abgerundeten Partikel in einem nachgeschalteten Apparat, vorzugsweise in einem Fließbetttrockner abgekühlt, um ein Verkleben der Granulate zu vermeiden. 93,6 % der erhaltenen Granulate entsprechen der Zielgröße von d=0,7 mm und l_{50}= 1,45 mm. Die Breite der Längenverteilung liegt im Bereich von l_{10} = 0,91 mm bis l_{90} = 1,94 mm. 6,3 % Feinanteil und 0,1% Grobanteil werden abgesiebt, die gesiebte Zielfraktion weist ein Schüttgewicht von 699 g/l auf.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von Bleichaktivator-Granulaten, **dadurch gekennzeichnet, dass** man ein Gemisch aus Bleichaktivator, anionischem oder nichtionischem Tensid und Polyalkylenglykol bei Temperaturen von 40 bis 120°C, vorzugsweise 60 bis 80°C und einem Druck von 5 bis 30 bar extrudiert und die erhaltenen Extrudate, bei einer Temperatur von 40 bis 120°C, vorzugsweise 60 bis 80°C auf einem Rondierer granuliert.

2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** man zusätzlich lineare oder verzweigte Fettsäuren oder ethoxylierte Fettsäuren mit 2 bis 100 EO mitverwendet.

3. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** man als anionisches Tensid ein Alkylarylsulfonat einsetzt.

4. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** man als Polyalkylenglykol Polyethylenglykol einsetzt.

5. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** man als Bleichaktivator Na-Nonanoyloxybenzolsulfonat einsetzt.

6. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** man ein Granulat herstellt, das aus 70 bis 90 Gew.-% Na-Nonanoyloxybenzolsulfonat, 2 bis 10 Gew.-% Alkylbenzolsulfonat, 0,1 bis 6 Gew.-% Nonansäure und 1 bis 15 Gew.-% Polyethylenglykol 4000 besteht.

7. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** die Extrudate direkt auf den Rondierer aufgegeben oder grob vorzerkleinert werden.

8. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** man die Temperatur im Rondierer durch Luft- oder Gasstromzufuhr steuert.

9. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** man bei einer Umfangsgeschwindigkeit im Rondierer von 10 bis 30 m/sec arbeitet.

10. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** man bei einer Verweilzeit von 10 bis 120 sec im Rondierer arbeitet.

11. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** man das Rondierverfahren absatz-

weise oder kontinuierlich im Kaskadenbetrieb durchführt.

12. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** man die Extrudate mit einem Antibackmittel abpudert.

13. Verfahren nach Anspruch1, **dadurch gekennzeichnet, dass** man die Extrudate im Anschluss an die Rondierung auf Temperaturen < 40°C abkühlt.

14. Verfahren nach Anspruch1, **dadurch gekennzeichnet, dass** man die Abkühlung mittels Kühlgas oder mittels gekühlter Flächen durchführt.

15. Verfahren nach Anspruch1, **dadurch gekennzeichnet, dass** man die Kühlung in einem separat nachgeschalteten Apparat oder bei absatzweise arbeitenden Rondierern direkt im Rondierer durchführt.