

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets

(11)

Veröffentlichungsnummer:

0 187 257

A2

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21)

Anmeldenummer: 85115249.6

(51)

Int. Cl.⁴: **C 11 D 3/00**

C 11 D 3/12

(22)

Anmeldetag: 02.12.85

(30)

Priorität: 10.12.84 DE 3444959

(43)

Veröffentlichungstag der Anmeldung:
16.07.86 Patentblatt 86/29

(64)

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

(71)

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

(72)

Erfinder: Osberghaus, Rainer, Dr.
Südallee 47
D-4000 Düsseldorf(DE)

(72)

Erfinder: Kresse, Franz
Lochnerweg 40
D-4010 Hilden(DE)

(54)

Teppichreinigungsmittel.

(57)

Die Mittel basieren auf Zeolith als Adsorptionsmittel und enthalten daneben Tenside, organische Lösungsmittel und gegebenenfalls weitere übliche Bestandteile. Durch die Verwendung in granulierter Form wird die Staubentwicklung bei der Anwendung verringert, ohne daß die Reinigungswirkung leidet.

EP 0 187 257 A2

4000 Düsseldorf, den 7. Dezember 1984 Dr. Ha/Hd

Patentanmeldung

D 6992 EP

"Teppichreinigungsmittel"

Die vorliegende Erfindung betrifft ein pulverförmiges,
Zeolith enthaltendes Mittel, das zur Trockenreinigung von
5 Textilien, insbesondere von Teppichen, bestimmt ist.

Zur Reinigung von Teppichen und anderen textilen Belägen
an Ort und Stelle verwendet man neben Shampoos in neuerer
Zeit zunehmend pulverförmige Reinigungsmittel, die den
10 Vorteil aufweisen, keine Ränder zu hinterlassen und
schneller abzutrocknen. Derartige Reinigungspulver
enthalten als wesentliche Bestandteile Tenside und
Adsorptionsmittel sowie größere Mengen von Wasser in lose
gebundener Form. Von den Tensiden wird angenommen, daß
15 sie zusammen mit dem vorhandenen Wasser für die Ablösung
der Schmutzteilchen von den Fasern und für deren Trans-
port zum Adsorptionsmittel sorgen, das dann nach dem
Abtrocknen des Wassers zusammen mit dem Schmutz abge-
bürstet oder abgesaugt wird. Als Adsorptionsmittel sind
20 die verschiedensten Materialien vorgeschlagen worden,
beispielsweise Kunstharzschaumpulver (AT 296 477),
Fullererde, Talcum, Sägemehl (DE 15 19 045) und ge-
bleichtes Holzmehl (CH 461 685).

...

Trotz der im Vergleich zu Shampoos deutlich geringeren Flüssigkeitsmengen, die mit diesen pulverförmigen Mitteln aufgebracht werden, müssen auch bei diesen Mitteln Trockenzeiten bis zu mehreren Stunden eingehalten werden, 5 da sonst die Rückstände nur sehr unvollständig entfernt werden können. Dies wirkt sich vor allem bei der gewerblichen Reinigung nachteilig aus.

Als ein besonders wirksames Adsorptionsmittel hat sich 10 sowohl in Shampooformulierungen als auch in pulverförmigen Reinigungsmitteln ein als Zeolith bekanntes Natriumaluminumsilikat herausgestellt. Mittel auf dieser Basis, wie sie beispielsweise in der deutschen Offenlegungsschrift 25 44 605 beschrieben sind, zeichnen sich 15 durch ein hohes Reinigungsvermögen aus. Probleme ergeben sich mit diesem Material aber aus der Staubbelästigung und einer ungewöhnlich starken Haftung des feinteiligen Zeolithpulvers an den Textilfasern, die zur Folge hat, daß das Reinigungsmittel nur unvollständig entfernt 20 werden kann und die behandelten Textilien, insbesondere dunkel gefärbte Teppiche, ein graues Aussehen bekommen. An diesen unerwünschten Begleiterscheinungen hat auch der Vorschlag in der europäischen Offenlegungsschrift EP 62 536, Zeolithpulver an ein ebenfalls unlösliches Träger- 25 material, insbesondere Cellulosepulver anzulagern, nichts entscheidendes ändern können. Es bestand daher nach wie vor die Aufgabe, Trockenreinigungsmittel für Textilien mit insgesamt besseren Eigenschaften zu entwickeln.

30 Die vorliegende Erfindung bietet eine Lösung dieser Aufgabe in Gestalt von Trockenreinigungsmitteln in Pulverform, die Tenside, organische Lösungsmittel und Zeolith enthalten und die dadurch

...

gekennzeichnet sind, daß der Zeolith in Form eines porösen, gegen die bei der Trockenreinigung üblichen mechanischen Belastungen beständigen Granulates vorliegt.

- 5 Den erfindungsgemäßen Mitteln fehlen die oben genannten Nachteile der Mittel des Standes der Technik, das heißt, sie entwickeln bei der Anwendung keinen lästigen Staub und lassen sich nahezu vollständig von den Textilien entfernen, so daß eine Vergrauung nicht auftritt. Die
- 10 Wiederanschmutzung der Textilien nach der Reinigung ist ungewöhnlich gering. Die Mittel zeichnen sich weiterhin dadurch aus, daß bei ihrer Anwendung im Normalfall keine Trockenzeit zwischen dem Einarbeiten des Pulvers in das Textil und der Wiederentfernung des Pulvers erforderlich
- 15 ist. Besonders Überraschend an der erfindungsgemäßen Lösung ist der Befund, daß trotz der Agglomeration des Zeolithpulvers zu größeren stabilen Teilchen die hohe Reinigungsleistung der mit feinverteiltem Zeolith arbeitenden Mittel erhalten bleibt.
- 20 Die Herstellung der Mittel umfaßt zwei Stufen, nämlich die Herstellung des Zeolithgranulates, das im einfachsten Fall aus Zeolith und Granulierungsmittel besteht, und die Vermischung dieses Granulates mit den sonstigen
- 25 Bestandteilen der Mittel. Einige dieser Bestandteile können aber ganz oder teilweise bereits in der ersten Stufe in die Granulate eingearbeitet werden, so daß nur die dann noch verbleibenden Bestandteile, insbesondere die organischen Lösungsmittel, mit den porösen Granulaten
- 30 vermischt werden müssen, wobei insbesondere die flüssigen Bestandteile von diesen aufgenommen werden.

Ausgangsmaterial für die Herstellung der Granulate sind die feinteiligen kristallinen Zeolithe der Typen A, P, X, Y und Hydroxysodalith, die in trockener Form oder in

...

Form wäßriger Suspensionen, wie sie bei der Herstellung anfallen, eingesetzt werden können. Als austauschfähige Kationen sollen in den Zeolithen vorwiegend Natriumionen vorliegen. Bevorzugt wird Zeolith A verwendet, der eine
5 besonders hohe Reinigungskraft besitzt und technisch gut zugänglich ist. Er weist in luftgetrockneter handelsüblicher Form einen Wassergehalt von etwa 15 bis 25 Gewichtsprozent auf, der ohne Anwendung extremer Bedingungen nicht weiter reduziert werden kann. Angaben über
10 Gewichtsanteile Zeolith beziehen daher, wenn nichts anderes angegeben ist, den durch Lufttrocknung nicht entfernbaren Wassergehalt der Zeolithe ein.

In den fertigen Reinigungsmitteln beträgt der Gehalt an
15 Zeolith 40 bis 90 Gewichtsprozent, vorzugsweise 55 bis 75 Gewichtsprozent.

Zeolithgranulate sind aus der Literatur in verschiedensten Zusammensetzungen bekannt, aber in der Regel in
20 dieser Form nicht für die Trockenreinigung von Textilien geeignet. So kennt man aus der DOS 28 06 799 Zeolithgranulate, die durch calcinieren bei Temperaturen um 800°C hergestellt und zur Enthärtung von Trinkwasser verwendet werden. Ein anderer Typ von Zeolithgranulaten
25 ist beispielsweise aus der DAS 27 14 604, der DOS 30 07 320, der DOS 30 45 221 und der EP-PS 21 267 bekannt. Die dort beschriebenen Granulate sind in erster Linie für die Anwendung in Waschmitteln bestimmt, das heißt, ihre Zusammensetzung wurde im Hinblick auf einen schnellen
30 Zerfall der Granulate im Waschwasser optimiert, wobei die Granulierung durchweg als Aufbaugranulierung, d.h. durch Agglomeration des feinteiligen Zeoliths mit Hilfe unterschiedlicher Zusatzstoffe durchgeführt wurde.

...

Auch die für die erfindungsgemäßen Mittel geeigneten Zeolithgranulate können durch Aufbaugranulation gewonnen werden, beispielsweise durch Agglomeration von Zeolithpulver mit Hilfe von Wasser und einem Granulierhilfsmittel in einem Trommel- oder Schaufelmischer oder auf einem Tellergranulator. Weitere Bestandteile der Reinigungsmittel, wie Tenside oder Säuren können in die Granulate eingearbeitet werden. Sofern Wasser bei der Granulierung verwendet wird oder von feuchten Ausgangsmaterialien ausgegangen wird, schließt sich an den Granulierungsprozeß ein Trocknungsschritt an, für den ebenfalls übliche Verfahren, wie etwa die Trocknung im Fließbett bei Temperaturen bis etwa 200 °C, verwendet werden können.

Ein besonders bevorzugtes Verfahren zur Herstellung von geeigneten porösen Zeolithgranulaten ist das Sprühtrockenverfahren, bei dem eine wäßrige Aufschlämmung des Zeoliths, des Granulierhilfsmittels und gegebenenfalls weiterer Bestandteile zu Tröpfchen versprüht wird, die dann beim Herabfallen in einem Luftstrom trocknen. Dieses Verfahren ermöglicht einerseits, problemlos wäßrige Ausgangsmaterialien zu verarbeiten und kombiniert andererseits die Bildung der Granulatteilchen und deren Trocknung in einem Prozeß.

In jedem Falle soll durch die Granulierung erreicht werden, daß aus dem ursprünglich sehr feinteiligen Zeolith deutlich größere Teilchen aufgebaut werden, die eine solche mechanische Stabilität aufweisen, daß sie die mit der Anwendung verbundene Bürst- und Reibbeanspruchung überstehen. Geeignete Granulate weisen weniger als 2 Gewichtsprozent an Teilchen mit einer Größe von 0,05 mm

...

- und darunter und weniger als 5 Gewichtsprozent an Teilchen mit einer Größe über 2 mm (bestimmt durch Siebanalyse) auf. Die besten Gebrauchseigenschaften zeigen dabei Granulate, deren Einzelteile zu über 80
- 5 Gewichtsprozent, vorzugsweise über 90 Gewichtsprozent, Durchmesser von über 0,2 bis 1,6 mm besitzen. Die mechanische Stabilität der Granulate läßt sich mit Hilfe eines einfachen Tests ermitteln: In einer Kugelschwingmühle aus Porzellan, die einem Inhalt von 1 Liter hat und
- 10 mit 5. Prozellankugeln von 28 mm Durchmesser beladen ist, werden 100 g des Granulates 1 Minute lang bei 1400 Umdrehungen pro Minute behandelt, dann gesiebt. Bei erfindungsgemäß geeigneten Granulaten steigt unter diesen Testbedingungen der Anteil der Teilchen mit Größen
- 15 bis 0,2 mm um nicht mehr als 15 Gewichtsprozent, vorzugsweise um nicht mehr als 5 Gewichtsprozent, insbesondere um nicht mehr als 2 Gewichtsprozent, bezogen auf das Gesamtgewicht des Granulates.
- 20 Als Granulierhilfsmittel kommen feste, gut wasserlösliche organische oder anorganische Substanzen, die nur geringe Neigung zur Kristallisation besitzen und nicht hygroskopische sind, in Betracht. Besonders gut eignen sich solche Substanzen, die zur Polymerisation neigen,
- 25 wie lösliche Alkalisilikate, oder die bereits polymere Struktur aufweisen, wie polymere Carbonsäuren und deren Salze, sowie lösliche Cellulosederivate. Vorzugsweise werden wasserlösliches Natriumsilikat (Wasserglas) und wasser- oder alkalilösliche Homo- und Copolymerisate von
- 30 Acrylsäure oder Methacrylsäure verwendet. Ganz besonders wird als Granulierhilfsmittel lösliches Natriumsilikat in Kombination mit Polyacrylsäure oder Polymethacrylsäure bevorzugt. Die Menge an Granulierhilfsmittel beträgt, bezogen auf das gesamte Reinigungsmittel, 1 bis 20,
- 35 vorzugsweise 5 bis 20 Gewichtsprozent. Bezogen auf den

...

Gehalt an wasserfreiem Zeolith liegt die Menge an Granulierhilfsmittel zwischen 3 und 40 Gewichtsprozent, vorzugsweise zwischen 10 und 30 Gewichtsprozent.

- 5 Als Tenside eignen sich für die erfindungsgemäßen Mittel in erster Linie nichtionische und anionische Tenside. Vorzugsweise werden nichtionische Tenside verwendet.

- 10 Geeignete anionische Tenside sind insbesondere solche vom Sulfat- und Sulfonattyp, doch können auch andere Typen wie Seifen, langkettige N-Acylsarkosinate, Salze von Fettsäurecyanamiden oder Salze von Ethercarbonsäuren, wie sie aus langkettigen Alkyl- oder Alkylphenyl-Polyglykol-ethern und Chloressigsäure zugänglich sind, eingesetzt
15 werden. Die anionischen Tenside werden üblicherweise in Form der Natriumsalze verwendet.

- Besonders geeignete Tenside vom Sulfattyp sind die Schwefelsäuremonoester von langkettigen primären Alko-
20 holen natürlichen und synthetischen Ursprungs mit 10 bis 20 C-Atomen, d.h. von Fettalkoholen, wie z. B. Kokosfettalkoholen, Talgfettalkoholen, Oleylalkohol, oder den C_{10} - C_{20} -Oxoalkoholen und solche von sekundären Alkoholen dieser Kettenlängen. Daneben kommen die
25 Schwefelsäuremonoester der mit 1 bis 6 Mol Ethylenoxid ethoxylierten aliphatischen primären Alkohole, sekundären Alkohole oder Alkylphenole in Betracht. Ferner eignen sich sulfatierte Fettsäurealkanolamide und sulfatierte Fettsäuremonoglyceride.

30

Bei den Tensiden vom Sulfonattyp handelt es sich in erster Linie um die Salze vom Sulfobernsteinsäuremono- und diestern mit 6 bis 22 C-Atomen in den Alkoholteilen, die Alkylbenzolsulfonate mit C_9 - C_{15} -Alkylgruppen und die

...

Ester von α -Sulfofettsäuren, z. B. die α -sulfoziierten Methyl- oder Ethylester der hydrierten Kokos-, Palmkern- oder Talgfettsäuren. Weitere brauchbare Tenside vom Sulfonattyp sind die Alkansulfonate, die aus C₁₂ - C₁₈ -Alkanen durch Sulfochlorierung oder Sulfoxidation und anschließende Hydrolyse bzw. Neutralisation oder durch Bisulfitaddition an Olefine erhältlich sind, sowie die Olefinsulfonate, das sind Gemische aus Alken- und Hydroxyalkansulfonaten sowie Disulfonaten, wie man sie beispielsweise aus langkettigen Monoolefinen mit end- oder innenständiger Doppelbindung durch Sulfonieren mit gasförmigen Schwefeltrioxid und anschließender alkalischer oder saurer Hydrolyse der Sulfonierungsprodukte erhält.

15

Als nichtionische Tenside eignen sich für die erfindungsgemäßen Mittel insbesondere Anlagerungsprodukte von 1 bis 30, vorzugsweise 4 bis 15 Mol Ethylenoxid an 1 Mol einer Verbindung mit 10 bis 20 Kohlenstoffatomen aus der Gruppe der Alkohole, Alkylphenole, Carbonsäuren und Carbonsäureamide. Besonders wichtig sind die Anlagerungsprodukte von Ethylenoxid an langkettige primäre oder sekundäre Alkohole, wie zum Beispiel Fettalkohole oder Oxoalkohole, sowie an Mono- oder Dialkylphenole mit 6 bis 14 C-Atomen in den Alkylgruppen.

25

Ferner sind als nichtionische Tenside die wasserlöslichen, 20 bis 250 Ethylenglykoethergruppen und 10 bis 100 Propylenglykoethergruppen enthaltenden Anlagerungsprodukte von Ethylenoxid an Polypropylenglykol, Alkylen-diamin-poly-propylenglykol und an Alkylpolypropylenglykole mit 1 bis 10 Kohlenstoffatomen in der Alkylkette brauchbar, in denen die Polypropylenglykolkette als hydrophober Rest fungiert. Auch nichtionische Tenside vom Typ der Aminoxide, der Sulfoxide oder der Alkylglucoside

30

35

...

sind verwendbar, beispielsweise N-Kokosalkyl-N,N-Dimethylaminoxid oder die Kondensationsprodukte aus langkettigen Alkoholen mit 10 bis 18 C-Atomen und Glucose, sowie deren Ethylenoxidaddukte.

5

Besonders bevorzugte nichtionische Tenside stellen die Reaktionsprodukte aus 4 bis 15 Mol Ethylenoxid (EO) und 1 Mol Fettalkohol mit 12 bis 18 C-Atomen dar. Typische Vertreter dieser Tenside sind Talgfettalkohol + 5 EO,
10 Talgfettalkohol + 14 EO, Oleyl-/Cetylalkohol + 10 EO und Kokosfettalkohol + 4 EO.

15

Die Tenside sind in den erfindungsgemäßen Mitteln zu 0,5 bis 15 Gewichtsprozent, vorzugsweise 1 bis 5 Gewichtsprozent enthalten. Sie werden vorzugsweise ganz oder teilweise im ersten Schritt der Herstellung, d.h. bei der Granulierung des Zeoliths, eingearbeitet.

20

Als weitere Komponente enthalten die Mittel der Erfindung organische Lösungsmittel. Verwendbar sind alle auf dem Gebiet der Textilreinigung üblichen Lösungsmittel, doch werden vorzugsweise Lösungsmittel mit Siedepunkten über 80°C aus der Gruppe Benzine, Alkohole, Ether und Ester eingesetzt. Beispiele für derartige Lösungsmittel sind
25 Benzin (Siedebereich 140 bis 200°C), Isopropanol, Isooctanol, Triethylenglykol, Butyldiglykol und Butyldiglykolacetat. Wegen ihres guten Fettlösungsvermögens werden Benzin, Isopropanol, Dipropylenglykolmonomethylether und deren Mischungen besonders bevorzugt. Der Anteil des
30 Lösungsmittels beträgt im Reinigungsmittel 5 bis 30, vorzugsweise 8 bis 25 Gewichtsprozent. Wasser ist in den Mitteln nur in solcher Menge enthalten, wie sie von den Zeolithen bei der Granulatherstellung festgehalten wird.

...

Synthetische Zeolithe enthalten von der Herstellung her häufig größere Mengen freier Alkalien, erkennbar am hohen pH-Wert einer wäßrigen Aufschlammung. Da viele Textilmaterialien und Farbstoffe gegen Alkalien empfindlich sind, können, um Schädigungen zu vermeiden, bei der Herstellung der Mittel Säuren zur Neutralisation des Alkalis zugesetzt werden. Bevorzugt werden feste wasserlösliche organische oder anorganische Säuren, beispielsweise Amidosulfonsäure und Oxalsäure. Besonders bevorzugt werden saure Alkaliphosphate, Weinsäure, Zitronensäure und Ethylendiamintetraessigsäure, weil deren Salze, die sich bei der Neutralisation bilden, die Reinigungswirkung der Mittel unterstützen. Die Säuremenge wird durch den Alkaligehalt des Zeoliths und den gewünschten Neutralisationsgrad bestimmt. Man setzt im allgemeinen nicht mehr als 10 Gewichtsprozent Säure, bezogen auf das gesamte Mittel ein, vorzugsweise eine Menge, die dazu führt, daß das Zeolithgranulat einen pH-Wert zwischen 6,5 und 9 (gemessen an einer 1%igen Aufschlammung in Wasser) aufweist.

Zur Neutralisation eignen sich auch polymere Carbonsäuren wie Polyacrylsäure und Polymethacrylsäure. Werden solche Säuren bereits als Granulierhilfsmittel verwendet, ist normalerweise der Zusatz weiterer Säuren nicht notwendig.

Die erfindungsgemäßen Reinigungsmittel können über die genannten Bestandteile hinaus noch weitere, bei der reinigenden Behandlung von Textilien übliche Wirkstoffe enthalten. Beispiele solcher Wirkstoffe sind antistatisch wirkende Komponenten, optischer Aufheller, die Wiederanschmutzung vermindernende Stoffe und Parfüm. Diese Bestandteile können zusammen bis zu 10 Gewichtsprozent,

...

vorzugsweise bis zu 5 Gewichtsprozent der Reinigungsmittel ausmachen. Sie werden vorzugsweise mit dem Lösungsmittel im zweiten Schritt des Herstellungsverfahrens dem Zeolithgranulat zugesetzt.

5

Die Reinigung der Textilien und Teppiche geschieht in der Weise, daß die Mittel dieser Erfindung auf die zu reinigenden Flächen aufgetragen und dann intensiv in die Textilien, beispielsweise mit Hilfe eines Schwammes oder
10 einer Bürste eingerieben werden, wobei sich der auf den Textilien befindende Schmutz mit den Partikeln der Reinigungsmittel verbindet. In der Regel wählt man Einarbeitungszeiten von 0,5 bis 2,5 Minuten, vorzugsweise 0,5 bis 1,5 Minuten pro Quadratmeter. Anschließend werden
15 die Rückstände zusammen mit dem Schmutz auf mechanischem Wege, beispielsweise durch Ausbürsten oder Absaugen aus den Textilien entfernt. Für die Flächenreinigung von Textilien werden von den erfindungsgemäßen Mitteln je nach Fülle der Textilien und je nach Verschmutzungsgrad
20 20 bis 200 Gramm pro Quadratmeter angewandt, doch können zur Entfernung einzelner Flecken stellenweise auch größere Mengen aufgetragen werden. Zur Flächenreinigung von Teppichen sind Aufwandmengen von 50 bis 150 Gramm pro Quadratmeter üblich. Obwohl alle Schritte des Verfahrens
25 manuell durchgeführt werden können, liegt die bevorzugte Ausführung, insbesondere bei Teppichen darin, das Einreiben und gegebenenfalls weitere Schritte mit Hilfe von Maschinen, beispielsweise kombinierten Streu- und Bürstmaschinen, auszuführen. Das Reinigungsverfahren
30 eignet sich deshalb sowohl für den Haushaltsbereich als auch für die gewerbliche Anwendung.

...

Beispiele1. bis 4. Reinigungsmittel

- 5 1. In einem für den Laborgebrauch konstruierten Trommel-
mischer wurden 1,12 kg Zeolith A (Natriumform, Wasser-
gehalt 18,2 %, bestimmt durch Trocknung bei 800 °C)
in Pulverform (Teilchengröße unter 40 µm) und 124 g
pulverförmige Polymethacrylsäure (Rohagit S der Firma
10 Röhm) vorgelegt und unter ständiger Umwälzung mit
einer Lösung von 38 g Wasserglas (25 %ig in H₂O,
SiO₂: Na₂O = 4 : 1) und 14 g eines nichtionischen
Tensids aus Talgalkohol und 14 Mol EO in 700 ml
Leitungswasser besprüht. Nach dem Ende der Zugabe
15 wurde noch 10 Minuten weiter gemischt, dann das
entstandene rieselfähige Granulat ausgetragen.
Um überschüssiges anhaftendes Wasser zu vertreiben,
wurde das Granulat auf einer Schale im Trockenschrank
bei 80°C bis zur Gewichtskonstanz getrocknet. Eine
20 einprozentige Aufschlammung dieses Granulates in
Wasser wies einen pH-Wert von 8,5 auf. Die Sieb-
analyse des Granulates zeigte, daß 95 % davon im
Bereich zwischen 0,3 und 1,2 mm lagen. Im Stabili-
tätstest stieg der Feinanteil (bis 0,2 mm) von
25 1,2% auf 4,1 % an.

Zur Herstellung des fertigen Reinigungsmittels wurden
750 g des getrockneten Granulates unter Rühren mit
einer Lösung von 20 g eines nichtionischen Tensids
30 aus Talgalkohol und 14 Mol EO in 100 g Isopropanol und
130 g Butyldiglykol getränkt. Das entstandene
Reinigungsmittelpulver war gut rieselfähig und frei
von Staubanteilen.

...

2. In einem Lödige-Mischer wurden 8,6 kg Zeolith A und 1 kg gepulverte Polymethacrylsäure der gleichen Qualitäten wie im Beispiel 1, sowie 0,4 kg Polyvinylpyrrolidon (Kollidon Cl der Firma BASF),
5 das als Reinigungsverstärker diente, vorgelegt und unter ständiger Umwälzung mit einer Lösung von 0,3 kg Wasserglas (25 %ig in H_2O , $SiO_2 : Na_2O = 4 : 1$) und 0,15 kg eines nichtionischen Tensids aus Talgalkohol und 14 Mol Ethylenoxid in
10 5,7 kg Wasser besprüht. Nach Ende der Zugabe lag ein wasserhaltiges Granulat vor, das durch Aufheizen des Mixers auf 110°C und weiteres Umwälzen innerhalb von 5 Minuten getrocknet wurde. Es zeigte in der Siebanalyse zu 91 % Teilchengrößen zwischen 0,5 und
15 1,5 mm. Der Anteil unter 0,2 mm lag bei 0,6 % und stieg im Stabilitätstest auf 3,8 % an. In Wasser zeigte das Granulat einen pH-Wert von 8,9 (1 %ig).

20 Die Weiterverarbeitung des Granulates erfolgte in einem offenen Mischbehälter, in dem es durch Zugabe von 25 Gewichtsprozent an Isopropanol (bezogen auf die fertige Mischung) unter langsamen Rühren in das Endprodukt übergeführt wurde.

- 25 3. Eine Mischung aus 270 kg einer 45 %ige wäßrigen Suspension von Zeolith Na-A (Gehalt bezogen auf wasserfreien Zeolith), 46 kg Wasserglas (37/40 Be, 34,5 %ige wäßrige Lösung), 18,8 kg Polymethacrylsäure, 4,0 kg Talgalkohol mit 5 Mol
30 EO und 3,5 kg Talgalkohol mit 14 Mol EO wurde homogenisiert, auf 65 °C aufgeheizt und in das obere Ende eines Sprühturmes eingedüst. Die Trocknung erfolgte im Gegenstrom mit Luft einer Eintrittstemperatur zwischen 150°C und 180°C. Auf diesem
35 Wege wurde ein Granulat erhalten, das nach Sieb-

analyse zu 98,2 % aus Teilchen mit Größen zwischen
0,2 und 1,6 mm bestand, 0,2 % Feinanteile unter
0,05 mm und 0,5 % Anteile über 2 mm Durchmesser
aufwies. Im Stabilitätstest stieg der Anteil der
5 Teilchen mit Größen bis 0,2 mm von 9,6 % auf 10,8 %
an.

.. Zur Herstellung des fertigen Reinigungsmittels wurden
170 kg des trockenen Granulates in einem Mischbe-
10 hälter mit 30 kg Benzin (Isopar G) vermischt. Dabei
bildete sich ein ...weißes , sich trocken anfühlendes
gut rieselfähiges Produkt.

4. Dieses Reinigungsmittel wurde aus demselben Zeolith-
15 granulät wie das Mittel aus Beispiel 3 hergestellt.
Zu je 80 kg des Granulates wurden hier aber 20 kg
eines Gemisches aus 50 Gewichtsprozent Benzin (Isopar
G, Siedepunkt 165°C) und 50 Gewichtsprozent
n-Propanol zugesetzt.

20

5. bis 6. Reinigungsmittel nach dem Stand der Technik

5. Entsprechend DOS 25 44 605, Beispiel 21, wurde ein
pulverförmiger Teppichreiniger aus Zeolithpulver,
25 das mit Kokosfettsäurediethanolamid beladen war,
durch Vermischen mit Kokosalkoholsulfat und
Isopropanol hergestellt. Das Produkt bestand über-
wiegend aus sehr feinen Pulveranteilen unter 0,05
mm Durchmesser; daneben lagen nach dem Umrühren noch
30 lose Agglomerate mit bis zu 5 mm Größe vor. Im Stabi-
litätstest zerfiel das Produkt vollständig in Teilchen
unter 0,2 mm Durchmesser.

...

6. Entsprechend EP-OS 62 536, Beispiel 1, wurde ein pulverförmiges Teppichreinigungsmittel aus Cellulosefaser, Zeolithpulver, Calciumcarbonat, Propylenglykolmethylether und Wasser hergestellt. Es handelte sich um ein flockiges, leicht klebriges Produkt, in dem harte Granulate völlig fehlten.

7. Reinigungswirkung, Staubbelastung und
10 Wiederanschmutzung

Die Gebrauchseigenschaften der Reinigungsmittel wurden an natürlich angeschmutzten beigefarbenen Polyamid-Veloursteppichen untersucht. Zu diesem Zweck wurde ein langer Läufer in mehrere Segmente unterteilt, die mit jeweils einem der Reinigungsmittel 1 bis 6 in Mengen von 70 g pro Quadratmeter gleichmäßig bestreut wurden. Unmittelbar nach Aufgabe der Reinigungsmittel wurden diese mit Hilfe einer im gewerblichen Bereich üblichen, 40 kg schweren Einscheiben-Reinigungsmaschine mit rotierender Bürste ca. 45 sec pro Quadratmeter in den Teppich eingearbeitet. Lediglich bei dem Mittel nach EP 62 536 wurde auch, wie dort angegeben, ein Versuch ohne Einbürsten durchgeführt. Nach der für das Abtrocknen ausreichenden Zeit wurden die Teppichsegmente mit einem Bürstsauger etwa 1 Minute pro Quadratmeter soweit wie möglich von den Reinigungsmitteln und anhaftendem Schmutz befreit. Nach der Begutachtung des Reinigungsergebnisses wurde der Läufer wieder zum Gebrauch freigegeben und nach 3 Wochen die Wiederanschmutzung beurteilt.

...

Die Bewertung der Gebrauchseigenschaften wurde
von 5 Prüfern durchgeführt, die Noten zwischen
1 (ausgezeichnet) und 6 (sehr schlecht) zu
vergeben hatten. Die Mittelwerte aus den
5 Einzelnoten sind in Tabelle 1 zusammengefaßt.

8. Vergrauung

10 Zur Bestimmung dieser Eigenschaft wurden dunkelrote
Polyamid-Veloursteppiche, die nicht angeschmutzt
waren, wie in Beispiel 7 mit den Reinigungsmitteln
behandelt. Anschließend wurde die Vergrauung
visuell durch Vergleich mit unbehandelten Teppich-
15 stücken ermittelt und mit Hilfe einer Punkteskala
(1 = keine Vergrauung, 5 = sehr starke Vergrauung)
bewertet. Die Ergebnisse sind in der letzten Spalte
von Tabelle 1 wiedergegeben.

...

T a b e l l e 1

Bewertung der Gebrauchseigenschaften

Reinigungsmittel nach Beispiel	erforderliche Trockenzeit min.	Staubent- wicklung	Reinigungsleistung	Wiederan- schmutzung	Vergrauung
1	0	1,2	1,8	3,2	1
2	0	1,4	1,6	2,8	1
3	0	1,0	1,4	2,2	1
4	0	1,0	1,8	2,4	1
5	0	3,2	1,8	5,0	2 - 3
6	30	4,8	2,4	4,6	2 - 3
6 x)	15	1,6	4,6	3,8	2

x) ohne Einbürsten

Patentansprüche

1. Trockenreinigungsmittel in Pulverform für Textilien,
enthaltend Tenside, organische Lösungsmittel und
5 Zeolith, dadurch gekennzeichnet, daß der Zeolith
zusammen mit Granulierungsmittel in Form eines
porösen gegen die bei der Trockenreinigung üblichen
mechanischen Belastungen beständigen Granulates
vorliegt.
10
2. Trockenreinigungsmittel nach Anspruch 1, dadurch ge-
kennzeichnet, daß ein Zeolith des Typs A verwendet
wird, der als austauschfähige Kationen Natriumionen
enthält.
15
3. Trockenreinigungsmittel nach einem der Ansprüche 1
oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß das Zeolith-
granulat durch Sprühtrocknung einer wäßrigen Zube-
20 reitung aus Zeolithpulver, Granulierungsmittel und
gegebenenfalls weiteren Wirkstoffen des Reinigungs-
mittels hergestellt wird.
4. Trockenreinigungsmittel nach einem der Ansprüche 1
bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß mehr als 80 Ge-
25 wichtsprozent des Granulates aus Teilchen mit Durch-
messern von über 0,2 bis 1,6 mm bestehen.
5. Trockenreinigungsmittel nach einem der Ansprüche 1
bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß der Zeolith vor
30 oder während der Herstellung des Granulates mit Hilfe
einer Säure auf einen pH-Wert zwischen 6,5 und 9
(gemessen an einer 1 %igen Aufschlämmung des Granu-
lates in Wasser) gebracht wird.

...

6. Trockenreinigungsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß es aus
- 40 bis 90 Gewichtsprozent Zeolith,
5 0,5 bis 15 Gewichtsprozent Tensid,
5 bis 30 Gewichtsprozent organischem Lösungsmittel,
1 bis 20 Gewichtsprozent Granulierungsmittel,
0 bis 10 Gewichtsprozent fester, wasserlöslicher Säure und
10 0 bis 10 Gewichtsprozent anderen üblichen Bestandteilen
- besteht.
- 15 7. Trockenreinigungsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß das enthaltene Tensid aus der Gruppe der Additionsverbindungen von 1 bis 30 Mol Ethylenoxid an langkettige primäre oder sekundäre Alkohole mit 10 bis 20 C-Atomen oder
20 an Alkylphenole mit 6 bis 14 C-Atomen in den Alkylgruppen und deren Mischungen ausgewählt ist.
8. Trockenreinigungsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß das organische
25 Lösungsmittel einen Siedepunkt über 80°C aufweist und aus der Gruppe Benzine, Alkohole, Ether, Ester und deren Mischungen ausgewählt ist.
9. Trockenreinigungsmittel nach einem der Ansprüche
30 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß das Granulierungsmittel aus der Gruppe wasserlösliche Alkalisilikate,, wasserlösliche polymere Carbonsäuren und deren Salze, wasserlösliche Cellulosederivate sowie deren Mischungen ausgewählt ist.

...

10. Trockenreinigungsmittel nach einem der Ansprüche
1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß es aus
einem Zeolithgranulat durch Vermischen mit einer
Lösung von Tensid oder gegebenenfalls weiteren
Bestandteilen in einem organischen Lösungsmittel
hergestellt wurde und aus
- 55 bis 75 Gewichtsprozent Zeolith Na-A,
1 bis 5 Gewichtsprozent Additionsprodukt aus 4
bis 15 Mol EO an Fett-
alkohole mit 12 bis
18 C-Atomen,
8 bis 25 Gewichtsprozent organischem Lösungsmittel
aus der Gruppe Dipropylen-
glykolmonomethylether,
Benzin, Isopropanol und
deren Mischungen,
5 bis 20 Gewichtsprozent Granulierhilfsmittel in
Form einer Kombination
aus wasserlöslichem
Natriumsilikat und
Polyacrylsäure oder
Polymethacrylsäure und
0 bis 5 Gewichtsprozent anderen üblichen Bestand-
teilen
- besteht.

11. Verfahren zur Herstellung eines pulverförmigen
Trockenreinigungsmittel für Textilien, das darin
besteht, Zeolithpulver mit Hilfe eines Granulier-
hilfsmittels in ein poröses Granulat zu über-
5 führen, das gegen die bei der Trockenreinigung
üblichen mechanischen Belastungen beständig ist,
und dieses Granulat mit organischem Lösungsmittel
und gegebenenfalls weiteren Wirkstoffen zu beladen.
- 10 12. Verfahren nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet,
daß das Zeolithgranulat durch Sprühtrocknung einer
wäßrigen Zubereitung aus Zeolithpulver, Granulier-
hilfsmittel und gegebenenfalls weiteren Wirkstoffen
des Reinigungsmittels hergestellt wird.
- 15 13. Verfahren zur Reinigung von Textilien, insbesondere
Teppichen, dadurch gekennzeichnet, daß ein Trocken-
reinigungsmittel gemäß einem der Ansprüche 1 bis 10
in Mengen von 20 bis 200 Gramm pro Quadratmeter auf
20 das Textil aufgetragen und 0,5 bis 2,5 Minuten pro
Quadratmeter in das Textil intensiv eingerieben
wird, wobei sich Schmutz und Reinigungsmittel ver-
binden, und die Rückstände anschließend auf mecha-
nischem Wege aus dem Textil entfernt werden.
- 25 14. Verfahren zur Reinigung von Teppichen nach Anspruch
13, dadurch gekennzeichnet, daß das Einreiben des
Mittels und gegebenenfalls weitere Schritte des
Verfahrens mit Hilfe von Geräten oder Maschinen
30 ausgeführt werden, an Reinigungsmittel 50 bis 150
Gramm pro Quadratmeter verwendet werden und die
Dauer des Einreibens 0,5 bis 1,5 Minuten pro
Quadratmeter beträgt.