

19



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

11

Veröffentlichungsnummer: **0 203 523
A2**

12

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

21 Anmeldenummer: **86106942.5**

51 Int. Cl.4: **C11D 3/08**, C11D 3/33,
C11D 3/36, C11D 17/00,
C11D 3/04

22 Anmeldetag: **22.05.86**

30 Priorität: **30.05.85 DE 3519353**

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

43 Veröffentlichungstag der Anmeldung:
03.12.86 Patentblatt 86/49

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

72 Erfinder: **Schumann, Klaus, Dr.
Keplerstrasse 33
D-4006 Erkrath(DE)
Erfinder: Altenschöpfer, Theodor, Dr.
Einsteinstrasse 3
D-4000 Düsseldorf 13(DE)
Erfinder: Jeschke, Peter, Dr.
Macherscheiderstrasse 43
D-4040 Neuss(DE)
Erfinder: Jacobs, Jochen, Dr.
Am Acker 20
D-5600 Wuppertal 1(DE)**

54 **Schmelzblockförmige, alkalihydroxidhaltige Mittel für das maschinelle Reinigen von Geschirr und Verfahren zu ihrer Herstellung.**

57 Die Mittel enthalten neben 5 bis 50 Gew.-% wasserfreiem Natriumhydroxid, Alkalisilikaten, Kristallwasser und Pentaalkalitrifosphat, 0,5 bis 5 Gew.-% organische Komplexbildner zur Erhöhung der Lösungsgeschwindigkeit, insbesondere Natriumcitrat-di-hydrat, Na-Salze der Nitrittriacid, der Ethylendiamintetraessigsäure, der Ethylendiamintetramethylentetraphosphonsäure, der Diethylentriaminpentaphosphonsäure, der 1-Hydroxyethan-1,1-diphosphonsäure, der 2-Phosphonobutan-1,2,4-tricarbonensäure.

noch flüssigen Schmelze in flexible Formen und zu Blöcken erstarren lassen.

Vorteile: Kein Verklumpen bei Feuchtigkeitszutritt, hohe Lösegeschwindigkeit bei der Anwendung.

EP 0 203 523 A2

Herstellung: Erwärmen von Alkalisilikat - (Metasilikathydrat oder Wasserglas), gegebenenfalls zusammen mit festem Natriumhydroxid auf 45 bis 48 °C, ohne Beeinflussung der dabei auftretenden Eigenwärmerwärmung. Unter Rühren Zusatz weiterer Bestandteile, davon zuletzt, wenn die Schmelztemperatur auf 50 bis 55 °C abgesunken ist, Pentanatriumtrifosphat und organischer Komplexbildner. Eingießen der

"Schmelzblockförmige, alkalihydroxidhaltige Mittel für das maschinelle Reinigen von Geschirr und Verfahren zu ihrer Herstellung"

Feste Reinigungsmittel für das maschinelle Geschirrspülen werden überwiegend in Pulver- bzw. Granulatform (Agglomerate) angeboten. Die Einzelpartikel dieser Mittel haben dabei einen bevorzugten Durchmesser zwischen 0,01 bis 3 mm. Ein gravierender Nachteil dieser Art fester Reinigungsmittel, speziell der im Bereich des gewerblichen Großverbrauchs verwendeten mit einem Gehalt von 10 bis 60 Gew.-% an Alkalihydroxiden, besteht darin, daß wegen der Hygroskopizität einzelner Rohstoffe bei Zutritt von geringen Mengen an Feuchtigkeit eine starke Neigung zum Verbacken oder Verklumpen besteht.

Durch Zusatz von sogenannten "Anticaking"-Mitteln, wie z. B. Paraffin, oder durch Umhüllen stark hygroskopischer Bestandteile, wie z. B. der Alkalihydroxide und des Natriummetasilikats, mit pulverförmigen Substanzen wie z. B. des Pentanatriumtriphosphat oder Natriumsulfat werden leichte Verbesserungen des Verbackens- bzw. Klumpverhaltens erzielt; größere Mengen an Feuchtigkeit in Form von Wasser oder Wasserdampf führen aber trotzdem zum Verbacken bzw. Verklumpen der pulverförmigen oder granulierten (agglomerierten) Reinigungsmittel.

Die Reinigungsmittel werden dadurch zwar nicht unbrauchbar, denn die Wirkung der Bestandteile bleibt auch nach dem Verklumpen bzw. Verbacken infolge von Feuchtigkeitszutritt erhalten. Für den Anwender erscheint die Qualität der Reinigungsmittel häufig jedoch allein schon aus optischen Gründen in den meisten Fällen gemindert oder schlecht, was zu Reklamationen führt.

Nachteilig ist der Einsatz von Reinigungsmitteln, die bei Zutritt von Feuchtigkeit zum Verklumpen bzw. Verbacken neigen, insbesondere in automatischen, bevorratenden Dosiergeräten, die im Bereich des gewerblichen Großverbrauchs an Eintank- und Mehrtankspülmaschinen in großer Zahl Verwendung finden. Es kommt zu Dosierstörungen in der Art, daß zu wenig Reinigungsmittel ausgetragen wird oder sogar mechanische Beschädigungen des Dispensersystems auftreten, so daß dieses unbrauchbar wird. Abhilfe kann nur das Unterbinden des Zutritts von Feuchtigkeit in das Vorratsgefäß - schaffen, was jedoch in feuchter Küchenatmosphäre oder nach Reinigung des Gerätes mit Wasser ohne besondere Trocknung der Teile des Vorratsgefäßes und der Dosiervorrichtung nicht gewährleistet werden kann.

Das Verklumpen bzw. Verbacken von alkalischen Reinigungsmitteln kann unter anderem dadurch vermieden werden, daß man diese von vornherein in Blockform herstellt und in hohem Maße feuchtigkeitssicher verpackt, vertreibt und verwendet.

In der US-PS 2,412,819 sind schon - schmelzblockförmige Reinigungsmittel für das maschinelle Geschirrspülen beschrieben worden, die durch Zusammenmischen aller alkalisch reagierenden, vorzugsweise hydratwasserhaltigen Aktivsubstanzen wie z. B. Natriumsilikaten, Pentanatriumtriphosphat, Natriumhydroxid sowie gegebenenfalls Wasser, falls das bevorzugte Hydratwasser der genannten Verbindungen nicht ausreicht, und anschließendes mildes Erwärmen der Mischung unter Rühren auf 90 bis 100 °C bis zum Erreichen einer einheitlich geschmolzenen Masse sowie deren Vergießen in Formen und Erstarrenlassen zu einem dichten Kristallaggregat hergestellt wurden.

Es wurde nun gefunden, daß man - schmelzblockförmige, alkalihydroxidhaltige Reinigungsmittel für das maschinelle Reinigen von Geschirr mit nicht nur guter mechanischer Festigkeit, sondern auch hoher Lösegeschwindigkeit bei der Anwendung erhalten kann, wenn sie Alkalisilikate, Wasser, vorzugsweise in Form von Kristallwasser, sowie gegebenenfalls Pentaalkalitriphosphat und zusätzlich organische Komplexbildner, die eine starke Erhöhung der Lösegeschwindigkeit bewirken, enthalten.

Die Erfindung betrifft daher - schmelzblockförmige, alkalihydroxidhaltige Mittel für das maschinelle Reinigen von Geschirr mit einem Gehalt an Alkalisilikaten, Wasser, vorzugsweise in Form von Kristallwasser, sowie gegebenenfalls Pentaalkalitriphosphat, die durch einen weiteren Gehalt an organischen Komplexbildnern gekennzeichnet sind.

Als Alkalihydroxid kommen Kalium- und aus Preisgründen vorzugsweise Natriumhydroxid in Betracht, die vorzugsweise in fester Form, d. h. als Schuppen, Flocken oder Prills, praktisch wasserfrei oder als Monohydrat eingesetzt werden. Die Mengen, die eingesetzt werden, betragen 2 bis 70, vorzugsweise 5 bis 50 Gew.-%, wasserfrei, bezogen auf das gesamte Mittel.

Als Alkalisilikate werden bevorzugt Alkalimetasilikate, wasserfrei, vorteilhaft aber in Form von Natriummetasilikat . 9 H₂O, Natriummetasilikat . 6 H₂O und Natriummetasilikat . 5 H₂O eingesetzt. Die Einsatzmengen betragen in der jeweiligen Form 2 bis 60, vorzugsweise 5 bis 50 Gew.-%, bezogen

auf das gesamte Mittel. Man kann sie aber auch teilweise oder vollständig durch Wasserglaslösungen ersetzen, wobei das Verhältnis von $\text{Na}_2\text{O} : \text{SiO}_2$ 1 : 1 bis 1 : 4, vorzugsweise 1 : 2 bis 1 : 3,5 beträgt. Wegen des höheren Silikatgehaltes des Wasserglases werden dessen Lösungen in Mengen von 2 bis 30, vorzugsweise von 5 bis 15 Gew.-%, bezogen auf das gesamte Mittel, eingesetzt.

Als vorteilhaft hat sich auch ein Zusatz von 2 bis 50, vorzugsweise 5 bis 45 Gew.-%, bezogen auf das gesamte Mittel, an Pentaalkalitrifosphat erwiesen, das wasserfrei, als Hexahydrat oder als Mischung von Hexahydrat mit geringen Mengen von wasserfreiem Pentanatriumtrifosphat eingesetzt wird, so daß sich ein Gesamtwassergehalt von 5,5 Mol errechnet.

Als Löslichkeitsverbessernde organische Komplexbildner, die erfindungsgemäß Bestandteil der schmelzblockförmigen Reinigungsmittel sind, kommen Polycarbonsäuren, Hydroxycarbonsäuren, Aminocarbonsäuren, Carboxyalkylether, polyanionische Polymere, insbesondere polymere Carbonsäuren und Phosphonsäuren in Betracht, wobei diese Verbindungen in Form ihrer wasserlöslichen Salze eingesetzt werden. Beispiele für Polycarbonsäuren sind Dicarbonsäuren der allgemeinen Formel $\text{HOOC}-(\text{CH}_2)_n-\text{COOH}$ mit $n = 0$ bis 8, außerdem Maleinsäure, Methylenmalonsäure, Citraconsäure, Mesaconsäure, Itaconsäure, nicht cyclische Polycarbonsäuren mit wenigstens 3 Carboxygruppen im Molekül, wie z. B. Tricarballylsäure, Aconitsäure, Ethylentetracarbonsäure, 1,1,3,3-Propan-tetracarbonsäure, 1,1,3,3,5,5-Penta-hexacarbonsäure, Hexanhexacarbonsäure, cyclische Di- oder Polycarbonsäuren, wie z. B. Cyclopenta-tetracarbonsäure, Cyclohexan-hexacarbonsäure, Tetrahydrofuran-tetracarbonsäure, Phthalsäure, Terephthalsäure, Benzoltri-, -tetra- oder -pentacarbonsäure sowie Mellithsäure.

Beispiele für Hydroxymono- oder -polycarbonsäuren sind Glykolsäure, Milchsäure, Äpfelsäure, Tartronsäure, Methyltartronsäure, Glucosäure, Glycerinsäure, Citronensäure, Weinsäure, Salicylsäure.

Beispiele für Aminocarbonsäuren sind Glycin, Glycylglycin, Alanin, Asparagin, Glutaminsäure, Aminobenzoesäure, Iminodi- oder -triessigsäure, Hydroxyethyliminodiessigsäure, Ethylendiamintetraessigsäure, Hydroxyethyl-ethylendiamin-triessigsäure, Diethylentriamin-pentaessigsäure sowie höhere Homologe, die durch Polymerisation eines N-Aziridylcarbonsäurederivates, z. B. der Essigsäure, Bernsteinsäure, Tricarballylsäure und an-

schließende Verseifung oder durch Kondensation von Polyaminen mit einem Molekulargewicht von 500 bis 10 000 mit chloressigsäuren oder bromessigsäuren Salzen hergestellt werden können.

Beispiele für Carboxyalkylether sind 2,2-Oxydi-bernsteinsäure und andere Etherpolycarbonsäuren, insbesondere Carboxymethylethergruppen enthaltende Polycarbonsäuren, wozu entsprechende Derivate der folgenden mehrwertigen Alkohole oder Hydroxycarbonsäuren gehören, die vollständig oder teilweise mit der Glykolsäure verethert sein können: Glykol, Di- oder Triglykole, Glycerin, Di- oder Triglycerin, Glycerinmonomethylether, 2,2-Dihydroxymethylpropanol, 1,1,1-Trihydroxymethylethan, 1,1,1-Trihydroxymethylpropan, Erythrit, Pentaerythrit, Glykolsäure, Milchsäure, Tartronsäure, Methyltartronsäure, Glycerinsäure, Erythronsäure, Äpfelsäure, Citronensäure, Weinsäure, Trihydroxyglutarsäure, Zuckersäure, Schleimsäure.

Als Übergangstypen zu den polymeren Carbonsäuren sind die Carboxymethylether der Zucker, der Stärke und der Cellulose zu nennen.

Unter den polymeren Carbonsäuren spielen z. B. die Polymerisate der Acrylsäure, Hydroxyacrylsäure, Maleinsäure, Itaconsäure, Mesaconsäure, Aconitsäure, Methylenmalonsäure, Citraconsäure und dergleichen, die Copolymerisate der oben genannten Carbonsäuren untereinander oder mit ethylenisch ungesättigten Verbindungen, wie Ethylen, Propylen, Isobutylen, Vinylalkohol, Vinylmethylether, Furan, Acrolein, Vinylacetat, Acrylamid, Acrylnitril, Methacrylsäure, Crotonsäure etc., wie z. B. die 1 : 1-Mischpolymerisate aus Maleinsäureanhydrid und Ethylen bzw. Propylen bzw. Furan eine besondere Rolle.

Weiter polymere Carbonsäuren vom Typ der Polyhydroxypolycarbonsäuren bzw. Polyaldehydopolycarbonsäuren sind im wesentlichen aus Acrylsäure- und Acroleineinheiten bzw. Acrylsäure- und Vinylalkoholeinheiten aufgebaute Substanzen, die durch Copolymerisation von Acrylsäure und Acrolein oder durch Polymerisation von Acrolein und anschließende Cannizzaro-Reaktion, gegebenenfalls in Gegenwart von Formaldehyd, erhältlich sind.

Beispiele für phosphorhaltige organische Komplexbildner sind Alkanpolyphosphonsäuren, Amino- und Hydroxyalkanpolyphosphonsäuren und Phosphonocarbonsäuren, wie z. B. die Verbindungen Methandiphosphonsäure, Propan-1,2,3-triphosphonsäure, Butan-1,2,3,4-tetraphosphonsäure, Polyvinylphosphonsäure, 1-Aminoethan-1,1-diphosphonsäure, 2-Amino-1-phenyl-1,1-diphosphonsäure, Aminotrimethylentriphosphonsäure, Methylamino- oder Ethylaminodimethylendiphosphonsäure, Ethylen-diaminotetramethylentetraphos-

phonsäure, Diethylentriaminpentamethylenpentaphosphonsäure, 1-Hydroxyethan-1,1-diphosphonsäure, Phosphonoessigsäure, Phosphonopropionsäure, 1-Phosphonoethan-1,2-dicarbonensäure, 2-Phosphonopropan-2,3-dicarbonensäure, 2-Phosphonobutan-1,2,4-tricarbonensäure, 2-Phosphonobutan-2,3,4-tricarbonensäure.

Bevorzugt ist ein Gehalt an Natriumcitrat-dihydrat, dem Natriumsalz der Nitrotriessigsäure, dem Natriumsalz der Ethylendiamintetraessigsäure, dem Natriumsalz der Ethylendiamintetramethylen-tetra-phosphonsäure, dem Natriumsalz der Diethylentriaminpentamethylenpentaphosphonsäure, dem Natriumsalz der 1-Hydroxyethan-1,1-triphosphonsäure und dem Natriumsalz der 2-Phosphonobutan-1,2,4-tricarbonensäure.

Die Mengengehalte an organischen Komplexbildnern betragen 0,1 bis 10, vorzugsweise 0,5 bis 5 Gew.-%, bezogen auf das gesamte Mittel.

Der gesamte Wassergehalt der schmelzblockförmigen, alkalihydroxidhaltigen Reinigungsmittel aus dichten Kristallaggregaten beträgt 10 bis 40, vorzugsweise 15 bis 30 Gew.-%. Er wird bevorzugt durch den Kristallwassergehalt der alkalisch reagierenden Aktivsubstanzen, gegebenenfalls aber auch über Wasserglaslösungen eingebracht. Die Berechnungen des Wassergehaltes haben daher von diesen Verbindungen auszugehen.

Bekanntlich hydrolysiert Pentanatriumtriphosphat in Gegenwart von Alkalihydroxiden. Die Hydrolyse wird durch erhöhte Temperaturen noch gesteigert. Nach der in der US-PS 2,412,819 beschriebenen Vorgehensweise wird daher bei möglichst niedrigen Schmelztemperaturen von 90 bis 100 °C gearbeitet.

Es hat sich gezeigt, daß man bei weitaus niedrigeren und daher schonenderen Temperaturen von 45 bis 70 °C, vorzugsweise von 45 bis 65 °C, arbeiten kann, wenn man erfindungsgemäß zuerst das Alkalisilikat, als Metasilikathydrat oder als Wasserglaslösung allein oder zusammen mit festem Alkalihydroxid oder dessen Monohydrat auf 45 bis 48 °C erwärmt, ohne das dabei auftretende selbsttätige Erwärmen auf 60 bis 65 °C zu beeinflussen, anschließend unter Rühren oder Kneten alle weiteren, vorzugsweise hydratwasserhaltigen Bestandteile, davon zuletzt, wenn die Schmelztemperatur auf etwa 50 bis 55 °C gesunken ist, Pentanatriumtriphosphat und/oder dessen Hexahydrat und den organischen Komplexbildner einrührt und die noch flüssige Schmelze in beliebig gestaltete, vorzugsweise flexible Formen gießt und in diesen zu Blöcken erstarren läßt.

Der Erstarrungsprozeß dauert je nach Größe der Gußform wenige Minuten bis etwa eine Stunde. Die Schmelzblöcke sind je nach ihrer Zusammensetzung sehr hart, hart oder weniger hart, in jedem Fall aber durch und durch einheitlich zusammengesetzt und bei der Anwendung schnell löslich.

Beispiele

Beispiel 1:

25 Gewichtsteile Natriummetasilikat . 9 H₂O und 40 Gewichtsteile Natriumhydroxidschuppen wurden gemeinsam in einem Edelstahlgefäß unter Rühren mit einem Teflonrührwerk von außen auf etwa 45 °C erwärmt. Dann heizte sich das Gemisch durch die Hydratation des Natriumhydroxids selbsttätig auf 60 bis 65 °C auf. Dann wurden 20 Gewichtsteile Natriummetasilikat . 5 H₂O, 5 Gewichtsteile wasserfreies Natriummetasilikat und schließlich 10 Gewichtsteile Pentanatriumtriphosphat mit einem errechneten Kristallwassergehalt von 5,5 Mol zugeführt, wobei eine homogene gut fließfähige Schmelze erhalten wurde, die sich dabei abkühlte. Bei einer Temperatur von 55 bis 50 °C wurde die Schmelze in einen Wachspappezylinder mit einer Höhe von 3 cm und einem Durchmesser von 2 cm gegossen, wo sie bereits nach 10 Minuten erstarrte.

Die Bestimmung der Lösegeschwindigkeit des Reinigungsmittels nach dem Erstarren erfolgte in einer Laborapparatur. Hierzu wurden 15 g des zu prüfenden Reinigungsmittels, das als fester, kompakter, von der Form befreiter Zylinder vorlag - (Durchmesser 2 cm, Höhe etwa 3 cm), in eine 250 ml-Waschflasche nach DIN 12596 aus Borosilikatglas gegeben. Die Waschflasche wurde danach mit einem Waschflascheneinsatz nach Drechsel verschlossen und mit einer Schliffhalterung gesichert. Mit einer Geschwindigkeit von 20 Liter pro Stunde wurde ein Wassergemisch von jeweils 50 Vol.-% 14 °C und 16 °C durch die Flasche hindurchgeleitet und die Zeit bestimmt, in der der Formkörper vollständig gelöst wurde. Die Lösegeschwindigkeit wurde in Gramm pro Stunde definiert. Sie betrug bei der Zusammensetzung gemäß Beispiel 1 24 Gramm pro Stunde.

Beispiel 2:

Analog zu Beispiel 1 wurden 6 weitere Schmelzblockreiniger hergestellt, wobei jedoch der Anteil an 5 Gewichtsteilen wasserfreiem Natriummetasilikat durch die jeweils gleiche Menge an X, d. h. Natriumcitratdihydrat (Na-citrat • 2 H₂O), dem Na-

triumsalz der Nitrilotriessigsäure (NTA), dem Natriumsalz der Ethylendiamintetraessigsäure - (EDTA), dem Natriumsalz der Ethylendiamintetra-phosphonsäure (EDTP), dem Natriumsalz der 1-Hydroxyethan-1,1-diphosphonsäure (HEDP) und in-

sbesondere dem Natriumsalz der 2-Phosphonobutan-1,2,4-tricarbonsäure (PBS) ersetzt wurde. Die erzielten Verbesserungen der Lösegeschwindigkeit zeigt folgende Tabelle 1 :

5

Tabelle 1

Basiszusammensetzung + 5 Gew.-% X	Lösegeschwindigkeit Gramm pro Liter
Na_2SiO_3	24
Na-Citrat · 2 H ₂ O	30
NTA	31
EDTA	32
EDTP	31
HEDP	32
PBS	44

Beispiele 3 bis 5:

Analog zu Beispiel 1 wurden Schmelzblöcke folgender Zusammensetzung hergestellt, wobei das Pentanatriumtriphosphat und/oder das PBS jeweils unterhalb einer Temperatur von 55 °C in die noch

30

flüssige Schmelze gerührt wurden. Die Bestimmung des Löseverhaltens erfolgte wie in Beispiel 1 angegeben. Die Ergebnisse sind in der Tabelle 2 aufgeführt. Sie zeigen, daß der Zusatz von PBS zu beliebig zusammengesetzten Schmelzen zu einer deutlichen Verbesserung des Löseverhaltens führt:

35

40

45

50

55

5

Tabelle 2

Mengenangaben in Gew.-%

Zusammensetzung	3	3a	4	4a	5	5a
NaOH	36	36	30	30	-	-
NaOH · H ₂ O	-	-	-	-	50	50
Na₅P₃O₁₀	-	-	30	25	35	35
Na ₂ SiO ₃	24	19	-	-	-	-
Na ₂ SiO ₃ · 5 H ₂ O	-	-	-	-	5	-
Na ₂ SiO ₃ · 9 H ₂ O	40	40	40	40	-	-
Wasserglas*	-	-	-	-	10	10
PBS	-	5	-	5	-	5

Lösegeschwindigkeit 22 30 21 32 17 25
in Gramm pro Liter

* = Na₂O : SiO₂ = 1 : 3,35, Natronwasserglas mit 34,4 bis 35,2 Gew.-% Feststoffgehalt.

Ansprüche

1. Schmelzblockförmige, alkalihydroxidhaltige Mittel für das maschinelle Reinigen von Geschirr mit einem Gehalt an Alkalisilikaten, Wasser, vorzugsweise in Form von Kristallwasser, sowie gegebenenfalls Pentaalkalitrifosphat, gekennzeichnet durch einen weiteren Gehalt an organischen Komplexbildnern.

2. Mittel nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß als organische Komplexbildner Natriumcitrat-dihydrat, das Natriumsalz der Nitrotriessigsäure, das Natriumsalz der Ethylendiamintetraessigsäure, das Natriumsalz der Ethylendiamintetramethylentetraphosphonsäure, das Natriumsalz der Diethylentriaminpentaphosphonsäure, das Natriumsalz der 1-Hydroxyethan-1,1-diphosphonsäure und das Natriumsalz 2-Phosphonobutan-1,2,4-tricarbonensäure enthalten sind.

3. Mittel nach Anspruch 1, deren Gehalt an organischen Komplexbildnern 0,1 bis 10, vorzugsweise 0,5 bis 5 Gew.-%, bezogen auf das gesamte Mittel, beträgt.

4. Verfahren zur Herstellung von schmelzblockförmigen Reinigungsmitteln nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man zuerst das Alkalisilikat, als Metasilikathydrat oder Wasserglaslösung, allein oder zusammen mit festem Alkalihydroxid oder dessen Monohydrat, auf 45 bis 48 °C erwärmt, ohne das dabei auftretende selbsttätige Erwärmen auf 60 bis 65 °C zu beeinflussen, anschließend unter Rühren oder Kneten alle weiteren, vorzugsweise hydratwasserhaltigen Bestandteile zusetzt, davon zuletzt, wenn die Schmelztemperatur auf etwa 50 bis 55 °C gesunken ist, Pentanatriumtrifosphat und/oder dessen Hexahydrat und den organischen Komplexbildner einrührt und die noch flüssige Schmelze in beliebig gestaltete, vorzugsweise flexible Formen gießt und in diesen zu Blöcken erstarren läßt.

35

40

45

50

55