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

(11) EP 0 716 682 B1

(12) # EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des Hinweises auf die Patenterteilung:
15.10.1997 Patentblatt 1997/42

(21) Anmeldenummer: **94925465.0**

(22) Anmeldetag: **22.08.1994**

(51) Int Cl.[6]: **C11D 3/12**, C11D 11/00

(86) Internationale Anmeldenummer:
PCT/EP94/02778

(87) Internationale Veröffentlichungsnummer:
WO 95/06708 (09.03.1995 Gazette 1995/11)

(54) **GERÜSTSTOFFKOMPONENTE FÜR WASCH- ODER REINIGUNGSMITTEL**

BUILDER FOR WASHING OR CLEANING PRODUCTS

ADJUVANT DE LAVAGE POUR PRODUITS DE LAVAGE OU DE NETTOYAGE

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

(30) Priorität: **01.09.1993 DE 4329394**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
19.06.1996 Patentblatt 1996/25

(73) Patentinhaber: **Henkel Kommanditgesellschaft auf Aktien**
40191 Düsseldorf (DE)

(72) Erfinder:
- **BAUER, Volker**
  D-40589 Düsseldorf (DE)
- **SEITER, Wolfgang**
  D-41469 Neuss (DE)
- **JACOBS, Jochen**
  D-42349 Wuppertal (DE)

(56) Entgegenhaltungen:
EP-A- 0 253 323
EP-A- 0 262 588
EP-A- 0 283 885
WO-A-92/18594

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist. (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

EP 0 716 682 B1

Beschreibung

Die Erfindung betrifft eine Gerüststoffkomponente mit sehr hohem Schüttgewicht sowie Wasch- oder Reinigungsmittel, welche diese Komponente enthalten.

Kristalline schichtförmige Natriumsilikate der Formel $NaMSi_xO_{2x+1}\cdot yH_2O$, wobei M Natrium oder Wasserstoff bedeutet, x eine Zahl von 1,9 bis 4 und y eine Zahl von 0 bis 20 ist und bevorzugte Werte für x 2, 3 oder 4 sind, haben sich als geeignete Substitute oder Teilsubstitute für die etablierten Gerüststoffe Phosphate und Zeolithe erwiesen. Derartige kristalline Schichtsilikate werden beispielsweise in der europäischen Patentanmeldung EP-A-0 164 514 beschrieben. Bevorzugte kristalline Schichtsilikate sind solche, in denen M für Natrium steht und x die Werte 2 oder 3 annimmt. Insbesondere sind sowohl β- als auch δ-Natriumdisilikate $Na_2Si_2O_5\cdot yH_2O$ bevorzugt, wobei β-Natriumdisilikat beispielsweise nach dem Verfahren erhalten werden kann, das in der internationalen Patentanmeldung WO-A-91/08171 beschrieben ist. β-Natriumdisilikat ist unter der Bezeichnung SKS 7(R), δ-Natriumdisilikat ist unter der Bezeichnung SKS 6(R) im Handel erhältlich (Handelsprodukte der Hoechst AG, Bundesrepublik Deutschland). Diese Pulver weisen im allgemeinen ein Schüttgewicht unter 600 g/l auf und besitzen hohe Feinkornanteile, üblicherweise mehr als 30 Gew.-%, mit einer Teilchengröße unterhalb 0,1 mm. Da kristalline Schichtsilikate gemäß der Offenbarung der internationalen Patentanmeldung W0-A-92/18594 bei der Sprühtrocknung Wasch- oder Reinigungsmittel-haltiger Slurries Verluste in ihrer Waschwirkung, hervorgerufen durch die Zerstörung ihrer physikalischen Struktur, erleiden, sollten sie vorzugsweise über andere Verfahrensmethoden in Wasch- oder Reinigungsmittel eingearbeitet werden. Aufgrund ihres hohen Feinkornanteils und damit ihrer staubigen Struktur sind diese Pulver jedoch auch nicht geeignet, als Zumischkomponente zu anderen granularen Bestandteilen von Wasch- oder Reinigungsmitteln zu dienen. Da zudem kristalline Schichtsilikate wie kristalline Disilikate eine geringere Lösegeschwindigkeit in Wasser aufweisen als amorphe Silikate, kann es durch lokale Ablagerungen auf den Textilien zu einem Anstieg des pH-Werts auf Werte oberhalb von 12 kommen, wodurch Beschädigungen der Textilfasern entstehen können.

Die internationale Patentanmeldung W0-A-92/18594 beschreibt, wie diese Nachteile vermieden werden können: Die kristallinen Schichtsilikate werden in Form einer granularen Gerüststoffkomponente eingesetzt, die mindestens 10 Gew.-% kristalline Schichtsilikate, 5 bis 90 Gew.-% in Wasser in Form von Ionen vorliegender organischer Säuren und/oder anorganischer oder organischer Salze, wobei das eingesetzte Material allerdings eine Größe von im Durchschnitt 300 µm nicht überschreiten soll, sowie gegebenenfalls weitere Bindemittel, Tenside und weitere übliche Inhaltsstoffe von Wasch- oder Reinigungsmitteln enthalten. Eine bevorzugte Art der Herstellung dieser Gerüststoffkomponente ist die Walzenkompaktierung, wobei ein Preßdruck von 10 bis 50 kN/cm Walzenlänge und vorzugsweise um 25 kN/cm Walzenlänge aufgewendet wird. Derartige Gerüststoffkomponenten weisen zwar in 1%iger wäßriger Lösung immer noch hohe pH-Werte auf; da diese Komponenten jedoch gegenüber dem Pulver eine höhere Lösegeschwindigkeit besitzen, wird das Risiko der lokalen Ablagerungen auf Textilien und damit der Beschädigungen von Textilfasern verringert.

Die Walzenkompaktierung von Wasch- oder Reinigungsmitteln oder einzelner Komponenten von Wasch- oder Reinigungsmitteln ist gesicherter Stand des technischen Wissens. Bereits aus der europäischen Patentanmeldung EP-A-0 253 323 ist bekannt, daß Gerüststoffe wie Zeolith und/oder Phosphat durch Walzenkompaktierung in Granulate mit hohem Schüttgewicht und sehr guten anwendungstechnischen Eigenschaften überführt werden können. In diesem druckschriftlichen Stand der Technik werden ausführlich die Bedingungen geschildert, unter denen eine Walzenkompaktierung üblicherweise durchgeführt wird. Dabei wird ausgeführt, daß der Preßdruck im Walzenspalt und die Verweildauer des Materials in dem Bereich des Preßdrucks so einzustellen sind, daß ein gut ausgebildetes Schülpenband mit hoher Dichte erzeugt wird. Der hohe Verdichtungsgrad ist dabei nicht nur im Hinblick auf moderne Wasch- oder Reinigungsmittel mit hohem Schüttgewicht, sondern auch hinsichtlich einer erhöhten Abriebstabilität der Granulate erwünscht. Dabei muß allerdings beachtet werden, daß zu hohe Preßdrucke die Verfahrenssicherheit beeinträchtigen, da bei ihrem Einsatz das Material auf den Walzen plastifiziert wird und zu Anklebungen führen kann. Dieser unerwünschte Effekt tritt dann auf, wenn eine Erhöhung des Preßdrucks keine weitere Verdichtung des Materials mehr bewirkt und die jetzt zusätzlich eingetragene Preßkraft überwiegend die Erwärmung und Plastifizierung des Materials - beispielsweise durch partielles Aufschmelzen wasserhaltiger Bestandteile - verursacht. Dies ist auch der Grund dafür, daB Walzenkompaktierungen üblicherweise bei nicht zusätzlich extern erhöhten Temperaturen, sondern bei Umgebungstemperatur durchgeführt werden.

Die Aufgabe der Erfindung bestand darin, das Verfahren der Walzenkompaktierung von Gerüststoffkomponenten, welche kristalline Schichtsilikate enthalten, dahingehend weiterzuentwickeln, daß eine weitere Verbesserung des Löseverhaltens von kristallinen Schichtsilikaten bzw. von Gerüststoffkomponenten, welche kristalline Schichtsilikate enthalten, erreicht wird.

Gegenstand der Erfindung ist dementsprechend ein Verfahren zur Herstellung einer Gerüststoffkomponente, welche mindestens 10 Gew.-% kristalline Schichtsilikate der Formel $NaMSi_xO_{2x+1}\cdot yH_2O$ enthält, wobei M Natrium oder Wasserstoff bedeutet, x eine Zahl von 1,9 bis 4 und y eine Zahl von 0 bis 20 ist, durch Walzenkompaktierung bei Preßdrucken bis 50 kN/cm Walzenlänge, wobei die kristallinen Schichtsilikate und gegebenenfalls weitere übliche

Inhaltsstoffe von Wasch- oder Reinigungsmitteln bei Walzentemperaturen zwischen 35 und 120 °C kompaktiert werden.

Die Erfindung umfaßt dabei sowohl ein Verfahren zur Walzenkompaktierung allein von kristallinen Schichtsilikaten, also ohne Zuschlagstoffe, als auch von Mischungen aus kristallinen Schichtsilikaten und üblichen weiteren Inhaltsstoffen von Wasch- oder Reinigungsmitteln. Falls Mischungen aus kristallinen Schichtsilikaten und üblichen Inhaltsstoffen von Wasch- oder Reinigungsmitteln eingesetzt werden, so ist es bevorzugt, daß der Gehalt der Mischung an kristallinen Schichtsilikaten 50 bis 99,5 Gew.-% und insbesondere 60 bis 90 Gew.-% beträgt. Als besonders bevorzugte kristalline Schichtsilikate werden Disilikate und dabei vor allem β-Natriumdisilikat und/oder δ-Natriumdisilikat eingesetzt.

Bevorzugte Mischungen, welche bei der Walzenkompaktierung eingesetzt werden, sind solche, die kristalline Schichtsilikate und Salze anorganischer und/oder organischer Säuren, insbesondere mehrbasiger Säuren, enthalten, wobei der Gehalt der Mischung an diesen Salzen vorzugsweise 0,5 bis 50 Gew.-% und insbesondere 10 bis 40 Gew.-% beträgt. Bevorzugte Salze anorganischer mehrbasiger Säuren sind Sulfate und Carbonate, wobei Natriumsulfat insbesondere bevorzugt ist, während an Salzen organischer mehrbasiger Säuren Citrate mit besonderer Bevorzugung von Natriumcitrat bevorzugt sind. Bevorzugte organische Säuren sind Adipinsäure, Bernsteinsäure, Citronensäure und Glutarsäure, wobei in besonders bevorzugten Ausführungsformen auch Citrat und ein oder mehrere organische Säuren eingesetzt werden können. In einer besonders bevorzugten Ausführungsform der Erfindung wird dabei die Walzenkompaktierung einer Mischung durchgeführt, die aus 70 bis 90 Gew.-% β-Natriumdisilikat und/oder δ-Natriumdisilikat und aus 10 bis 30 Gew.-% Natriumsulfat und/oder Natriumcitrat besteht.

Die zu kompaktierenden Mischungen können jedoch zusätzlich oder anstelle dieser Salze anorganischer und/oder organischer Säuren andere übliche Inhaltsstoffe von Wasch- oder Reinigungsmitteln enthalten. Welche Inhaltsstoffe dazu gegebenenfalls geeignet sind, kann auch der internationalen Patentanmeldung W0-A-92/18594 entnommen werden. In einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung werden dabei Mischungen eingesetzt, die kristalline Schichtsilikate und herkömmliche Gerüststoffe wie Phosphate und/oder Zeolithe enthält. Dabei ist es insbesondere bevorzugt, daß der Gehalt der Mischung an Zeolith vorzugsweise 0,5 bis 50 Gew.-% und insbesondere 1 bis 20 Gew.-% beträgt. Der eingesetzte feinkristalline, synthetisches und gebundenes Wasser enthaltende Zeolith ist dabei vorzugsweise Zeolith NaA in Waschmittelqualität. Geeignet sind jedoch beispielsweise auch Zeolith NaX und Zeolith P sowie Mischungen aus NaA, NaX und P. Der Zeolith wird vorzugsweise als sprühgetrocknetes Pulver mit einer mittleren Teilchengröße von weniger als 10 µm (Volumenverteilung; Meßmethode: Coulter-Counter) eingesetzt und enthält vorzugsweise 18 bis 22 Gew.% und insbesondere 20 bis 22 Gew.-% an gebundenem Wasser.

Weiterhin können bei der Walzenkompaktierung Mischungen eingesetzt werden, welche 0 bis 20 Gew.-% und vorzugsweise 0 bis 10 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe von Wasch- oder Reinigungsmitteln enthalten. Bei der Herstellung der Mischungen werden die Stoffgemische vorzugsweise in Pulverform miteinander vermischt. Es ist zwar möglich, daß auch flüssige Bestandteile in das Stoffgemisch eingearbeitet werden, es ist jedoch zur Walzenkompaktierung nicht erforderlich. Im Gegenteil ist es sogar bevorzugt, daß Bestandteile von Wasch- oder Reinigungsmitteln, die bei der Verarbeitungstemperatur in flüssiger Form vorliegen, nicht eingesetzt werden; insbesondere ist es bevorzugt, daß Bestandteile von Wasch- oder Reinigungsmitteln, welche auch bei Raumtemperatur in flüssiger Form vorliegen, nicht in Mengen oberhalb 5 Gew.-%, bezogen auf die Mischung, und vorteilhafterweise gar nicht eingesetzt werden. Die Stoffgemische können dabei in üblichen Mischern oder Granulatoren hergestellt werden. Dabei ist auch eine Vorverdichtung des Pulvers möglich.

Die Walzenverpressung selber kann aber ohne oder mit einer Vorverdichtung des vorgemischten pulverförmigen Gutes erfolgen. Das Walzenpaar kann dabei in jeder beliebigen Raumrichtung, insbesondere also vertikal oder horizontal zueinander angeordnet sein. Die zu kompaktierende Mischung oder das alleinige Pulver aus kristallinem Schichtsilikat wird dann entweder durch Schwerkraftfüllung oder mittels einer geeigneten Einrichtung, beispielsweise mittels einer Stopfschnecke dem Walzenspalt zugeführt. Das zu kompaktierende Gut wird dann unter Preßdruck durch den Spalt eines Paares zweier mit etwa gleicher Umfangsgeschwindigkeit gegensinnig laufender Walzen geführt und dabei zu einem plattenförmigen bzw. bandförmigen Preßgut, das auch als Schülpenband bezeichnet wird, verdichtet. Bevorzugte Preßdrucke liegen dabei zwischen 7 und 30 kN/cm Walzenlänge und insbesondere bei Preßdrucken zwischen 10 und 25 kN/cm Walzenlänge.

Überraschenderweise wurde gefunden, daß die Walzenkompaktierung von kristallinen Schichtsilikaten oder von festen Stoffgemischen, welche kristalline Schichtsilikate enthalten, nicht nur problemlos bei erhöhten Temperaturen durchgeführt werden kann, sondern daß durch diese erhöhte Temperatur auch eine weitere Verbesserung des Löseverhaltens der kristallinen Schichtsilikate bzw. der Gerüststoffkomponenten, welche kristalline Schichtsilikate enthalten, erreicht wird. Dabei sind Walzentemperaturen zwischen 40 und 100 °C und insbesondere zwischen 45 und 90 °C besonders bevorzugt. Als besonders vorteilhaft hat sich dabei eine Walzenkompaktierung erwiesen, die bei Walzentemperaturen zwischen 50 und 70 °C und bei Preßdrucken zwischen 12 und 20 kN/cm Walzenlänge durchgeführt wird.

Das Schülpenband wird anschließend einem Zerkleinerungsverfahren unterworfen. Diese Zerkleinerung oder Mahlung kann dabei beispielsweise in einer Mühle erfolgen. Zweckmäßigerweise wird das zerkleinerte Material anschließend einem Sichtungsprozeß zugeführt, wobei grobes Material abgetrennt und in die Zerkleinerungsvorrichtung

zurückgeführt wird, während zu feines Material dem Ansatz der pulverförmigen Mischung oder dem pulverförmigen Schichtsilikat wieder beigegeben und erneut der Kompaktierung im Walzenspalt zugeführt wird. Vorzugsweise wird dabei das Schülpenband durch übliche Mahlung in Granulate mit einem Kornspektrum von 0,05 mm bis etwa 2 mm, vorzugsweise mit einem Kornspektrum, das zu mindestens 70 Gew.-% aus Granulaten mit einem Teilchendurchmesser zwischen 0,1 und 1,6 mm besteht, eingestellt, während Feinkornanteile mit Granulatdurchmessern unterhalb 0,05 mm in die Kompaktierung zurückgeführt und Grobkornanteile mit Granulatdurchmessern oberhalb 2 mm in die Mahlung zurückgeführt werden.

In einer bevorzugten Ausführungform der Erfindung wird dabei eine granulare Gerüststoffkomponente erhalten, welche ein Schüttgewicht zwischen 800 und 1100 g/l aufweist.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform der Erfindung werden die erhaltenen granularen Gerüststoffkomponenten, welche in diesem Fall vorzugsweise aus 100 Gew.-% kristallinen Schichtsilikaten bestehen, in einem anschließenden Schritt mit weiteren Inhaltsstoffen von Wasch- oder Reinigungsmitteln, vorzugweise mit Imprägnierungsmitteln ausgewählt aus der Gruppe der ethoxylierten nichtionischen Tenside, Mischungen aus nichtionischen und anionischen Tensiden, pastenförmigen wäßrigen nichtionischen und/oder anionischen Tensiden, wobei das Wasser gegebenenfalls nachträglich weggetrocknet wird, sowie der Silikonöle und Paraffinöle, insbesondere mit nichtionischen Tensiden, beaufschlagt. Im Anschluß an diese Imprägnierung können die Gerüststoffkomponenten dann zusätzlich mit pulverförmigen Feststoffen, insbesondere mit pulverförmigen kristallinen Schichtsilikaten abgepudert werden.

Gegenstand der Erfindung ist in einer weiteren Ausführungsform der Erfindung ein Wasch- oder Reinigungsmittel, welches die erfindungsgemäßen Gerüststoffkomponenten enthält. Vorzugsweise enthalten diese Mittel die erfindungsgemäßen Gerüststoffkomponenten in Mengen von 10 bis 70 Gew.-% und insbesondere in Mengen von 20 bis 60 Gew.-%. Insbesondere wenn die Wasch- oder Reinigungsmittel weitere übliche anorganische und/oder organische Gerüststoffe enthalten, sind Gehalte an den erfindungsgemäßen Gerüststoffkomponenten von 25 bis 50 Gew.-% besonders vorteilhaft. Ansonsten können die Wasch- oder Reinigungsmittel alle üblichen Inhaltsstoffe wie anionische, nichtionische, amphotere, kationische und/oder zwitterionische Tenside, weitere Gerüststoffe wie Zeolith und/oder Phosphate, Schichtsilikate wie Bentonite, Polycarboxylate wie Citrate etc., polymere Polycarboxylate wie Salze von Homo- oder Copolymeren der Acrylsäure, Bleichmittel und Bleichaktivatoren, Vergrauungsinhibitoren wie Celluloseether oder Polyvinylpyrrolidon, optische Aufheller, Farb- und Duftstoffe sowie Enzyme und Enzymstabilisatoren enthalten. Auch Schauminhibitoren können enthalten sein. Die Mittel können abgesehen von der zugemischten erfindungsgemäßen Gerüststoffkomponente aus einem Basisgranulat oder aus einem Mehrkomponentengemisch bestehen, wobei Mehrkomponentengemische von Vorteil sein können. Insbesondere werden dabei Enzymgranulate und beispielsweise Bleichaktivatorgranulate, aber auch Schauminhibitorgranulate oder einzelne Bestandteile wie Natriumcarbonat, Natriumsilikat oder Polycarboxylat nachträglich zugemischt. Die einzelnen Komponenten können durch Sprühtrocknung, Granulierung, Extrusion oder andere herkömmliche Techniken hergestellt werden. Insbesondere ist es bevorzugt, daß die Mittel insgesamt ein Schüttgewicht oberhalb 650 g/l, vorzugsweise oberhalb 700 g/l aufweisen. Durch den Einsatz der erfindungsgemäßen Gerüststoffkomponenten in hohen Mengen können auch Wasch- oder Reinigungsmittel mit Schüttgewichten oberhalb 800 g/l hergestellt werden, ohne daß diese Mittel zur Entmischung neigen. Diese Mittel eignen sich ebenfalls zu Konzentraten mit hohen Tensidgehalten. So kann beispielsweise ein hoher Aniontensidgehalt durch Zumischung eines hochkonzentrierten Aniontensid-Compounds, das beispielsweise durch Sprühtrocknung, Sprühneutralisation oder durch Granulierung und gleichzeitige Trocknung in einer Wirbelschicht erhalten wurde, und ein hoher Niotensidgehalt durch Zumischung der erfindungsgemäßen Gerüststoffkomponenten mit hohen Niotensidanteilen erreicht werden. Wasch- oder Reinigungsmittel mit 15 bis 40 Gew.-%, insbesondere mit 18 oder 20 bis 35 Gew.-% anionischen und nichtionischen Tensiden sind dabei bevorzugt. In einer weiteren Ausführungsform der Erfindung werden die erfindungsgemäß hergestellten walzenkompaktierten, vorzugsweise mit Niotensiden beaufschlagten Granulate zu extrudierten Granulaten, welche gegebenenfalls hochkonzentrierte Aniontensid-Compounds enthalten und vorzugsweise Niotensid-arm bis insbesondere Niotensid-frei sind, hinzugemischt.

Beispiele

Kristalline Schichtsilikate des Typs SKS 6(R) (δ-Natriumdisilikat, Handelsprodukt der Hoechst AG, Deutschland) oder die unten angegebenen Mischungen aus SKS $6^{(R)}$ und den anorganischen bzw. organischen Salzen mehrbasiger Säuren wurden auf einer Walzenpresse des Typs WR 50 N/75 (Alexanderwerk AG, Deutschland) bei den unten angegebenen Temperaturen zu Schülpen von ca. 1 mm Stärke verpreßt. Nach der Zerkleinerung zu einem Granulat mit einem mittleren Kornspektrum von 0,1 bis 1,6 mm wurden Produkte mit den unten angegebenen Schüttgewichten erhalten. Die in der Tabelle angegebenen Lösegeschwindigkeiten wurden für die Siebfraktion 0,6 bis 0,8 mm nach folgendem Test ermittelt:

In einem doppelwandigen und thermostatisierten 1-1-Gefäß wurden 500 ml demineralisiertes Wasser (20°C) eingefüllt, der Schrägblattrührer mit einer Drehzahl von 900 Umdrehungen pro Minute eingeschaltet und die Leitfähigkeitsmeßzelle eingetaucht. Danach wurden 5 g der Gerüststoffkomponente zugegeben. Die Änderung der Leitfähigkeit

wurde über einen Schreiber festgehalten. Die Messung erfolgte, bis kein Anstieg der Leitfähigkeit mehr feststellbar war. Die Zeit zum Erreichen der Leitfähigkeitskonstanz ist die Lösezeit der Gerüststoffkomponente (100 %). Die Lösezeiten bei 80%iger, 90%iger und 95%iger Auflösung wurden rechnerisch ermittelt.

Tabelle:

Walzenkompaktierung der Zusammensetzungen V1 bis V3 bei 20 °C (zum Vergleich) und M1 bis M3 bei 60 °C (erfindungsgemäß)						
	V1	M1	V2	M2	V3	M3
SKS 6(R) in Gew.-%	100	100	80	80	80	80
Natriumsulfat in Gew.-%	---	---	20	20	--	--
Natriumcitrat in Gew.-%	---	---	--	--	20	20
Preßdruck in kN/cm	14	14	17	17	17	17
Lösezeit in min						
80 %	3,3	1,9	1,4	0,8	1,0	0,8
90 %	5,6	3,5	3,0	1,4	2,0	1,8
95 %	7,9	5,3	4,6	2,1	3,0	2,4

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung einer Gerüststoffkomponente, welche mindestens 10 Gew.-% kristalline Schichtsilikate der Formel $NaMSi_xO_{2x+1} \cdot yH_2O$ enthält, wobei M Natrium oder Wasserstoff bedeutet, x eine Zahl von 1,9 bis 4 und y eine Zahl von 0 bis 20 ist, durch Walzenkompaktierung bei Preßdrucken bis 50 kN/cm Walzenlänge, dadurch gekennzeichnet, daß die kristallinen Schichtsilikate und gegebenenfalls weitere übliche Inhaltsstoffe von Wasch- oder Reinigungsmitteln bei Walzentemperaturen zwischen 35 und 120 °C kompaktiert werden.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Gehalt der Mischung an kristallinen Schichtsilikaten 50 bis 99,5 Gew.-%, vorzugsweise 60 bis 90 Gew.-%, beträgt und die Kompaktierung bei Walzentemperaturen zwischen 40 und 100 °C, vorzugsweise zwischen 45 und 90 °C durchgeführt wird.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Walzenkompaktierung bei Preßdrucken zwischen 7 und 30 kN/cm Walzenlänge, vorzugsweise bei Preßdrucken zwischen 10 und 25 kN/cm Walzenlänge durchgeführt wird.

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß eine Mischung eingesetzt wird, die kristalline Schichtsilikate und Salze anorganischer und/oder organischer Säuren, insbesondere mehrbasiger Säuren, enthält, wobei der Gehalt der Mischung an diesen Salzen vorzugsweise 0,5 bis 50 Gew.-% und insbesondere 10 bis 40 Gew.-% beträgt.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß eine Mischung eingesetzt wird, die kristalline Schichtsilikate und herkömmliche Gerüststoffe wie Phosphate und/oder Zeolithe enthält, wobei der Gehalt an Zeolith vorzugsweise 0,5 bis 50 Gew.-% und insbesondere 1 bis 20 Gew.-% beträgt.

6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß eine Mischung eingesetzt wird, welche 0 bis 20 Gew.-%, vorzugsweise 0 bis 10 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe von Wasch- oder Reinigungsmitteln enthält.

7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß als kristalline Schichtsilikate Disilikate und insbesondere β-Natriumdisilikat und/oder δ-Natriumdisilikat eingesetzt werden.

8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß als anorganische und/oder organische Salze mehrbasiger Säuren Sulfat und/oder Citrat eingesetzt werden.

9. Verfahren nach Anspruch 7 und 8, dadurch gekennzeichnet, daß eine Walzenkompaktierung einer Mischung, bestehend aus 70 bis 90 Gew.-% β-Natriumdisilikat und/oder δ-Natriumdisilikat und aus 10 bis 30 Gew.-% Natriumsulfat und/oder Natriumcitrat, bei Walzentemperaturen zwischen 50 und 70 °C und bei Preßdrucken zwischen 12 und 20 kN/cm Walzenlänge durchgeführt wird.

10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß das Schülpenband durch übliche Mahlung in Granulate mit einem Kornspektrum von 0,05 mm bis etwa 2 mm, vorzugsweise mit einem Kornspektrum, das zu mindestens 70 Gew.-% aus Granulaten mit einem Teilchendurchmesser zwischen 0,1 und 1,6 mm besteht, eingestellt und Feinkornanteile mit Granulatdurchmessern unterhalb 0,05 mm in die Kompaktierung und Grobkornanteile mit Granulatdurchmessern oberhalb 2 mm in die Mahlung zurückgeführt werden.

11. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß eine granulare Gerüststoffkomponente mit einem Schüttgewicht zwischen 800 und 1100 g/l erhalten wird.

12. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß die erhaltenen granularen Gerüststoffkomponenten, welche vorzugsweise aus 100 Gew.-% kristallinen Schichtsilikaten bestehen, in einem anschließenden Schritt mit weiteren Inhaltsstoffen von Wasch- oder Reinigungsmitteln, insbesondere mit nichtionischen Tensiden, beaufschlagt werden.

13. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 12, dadurch gekennzeichnet, daß die erhaltenen walzenkompaktierten, vorzugsweise mit nichtionischen Tensiden beaufschlagten Granulate zu extrudierten Granulaten, welche gegebenenfalls hochkonzentrierte Aniontensid-Compounds enthalten und vorzugsweise Niotensid-arm bis insbesondere Niotensid-frei sind, hinzugemischt werden.

14. Wasch- oder Reinigungsmittel, enthaltend Gerüststoffkomponenten hergestellt nach dem Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 13, dadurch gekennzeichnet, daß es die Gerüststoffkomponenten in Mengen von 10 bis 70 Gew.-%, vorzugsweise in Mengen von 20 bis 60 Gew.-% und insbesondere in Mengen von 25 bis 50 Gew.-% sowie gegebenenfalls weitere übliche anorganische und/oder organische Gerüststoffe enthält.

Claims

1. A process for the production of a builder component containing at least 10% by weight of crystalline layer silicates corresponding to the formula $NaMSi_xO_{2x+1}\cdot yH_2O$, where M is sodium or hydrogen, x is a number of 1.9 to 4 and y is a number of 0 to 20, by roll compacting under pressures of up to 50 kN/cm roll length, characterized in that the crystalline layer silicates and optionally other typical ingredients of detergents or cleaning formulations are compacted at roll temperatures of 35 to 120°C.

2. A process as claimed in claim 1, characterized in that the roll compacting of crystalline layer silicates alone or of mixtures of crystalline layer silicates and other typical ingredients of detergents or cleaning formulations, the content of crystalline layer silicates in the mixture being from 50 to 99.5% by weight and preferably from 60 to 90% by weight, is carried out at roll temperatures of 40 to 100°C and preferably at roll temperatures of 45 to 90°C.

3. A process as claimed in claim 1 or 2, characterized in that the roll compacting is carried out under pressures of 7 to 30 kN/cm roll length and preferably under pressures of 10 to 25 kN/cm roll length.

4. A process as claimed in any of claims 1 to 3, characterized in that a mixture containing crystalline layer silicates and salts of inorganic and/or organic acids, more particularly polybasic acids, is used, the content of these salts in the mixture preferably being from 0.5 to 50% by weight and more preferably from 10 to 40% by weight.

5. A process as claimed in any of claims 1 to 4, characterized in that a mixture containing crystalline layer silicates and conventional builders, such as phosphates and/or zeolites, is used, the zeolite content preferably being from 0.5 to 50% by weight and more preferably from 1 to 20% by weight.

6. A process as claimed in any of claims 1 to 5, characterized in that a mixture containing 0 to 20% by weight and preferably 0 to 10% by weight of other typical ingredients of detergents or cleaning formulations is used.

7. A process as claimed in any of claims 1 to 6, characterized in that disilicates and, in particular, β-sodium disilicate

and/or 6-sodium disilicate are used as the crystalline layer silicates.

8. A process as claimed in any of claims 1 to 7, characterized in that sulfate and/or citrate is/are used as the inorganic and/or organic salts of polybasic acids.

9. A process as claimed in claims 7 and 8, characterized in that a mixture consisting of 70 to 90% by weight of β-sodium disilicate and/or 6-sodium disilicate and 10 to 30% by weight of sodium sulfate and/or sodium citrate is roll-compacted at roll temperatures of 50 to 70°C and under pressures of 12 to 20 kN/cm roll length.

10. A process as claimed in any of claims 1 to 9, characterized in that the compactate is converted by grinding in the usual way into granules with a particle size distribution of 0.05 mm to around 2 mm and preferably with a particle size distribution in which at least 70% by weighty consists of granules between 0.1 and 1.6 mm in diameter, fine-particle fractions below 0.05 mm in diameter being returned to the compacting stage and coarse-particle fractions larger than 2 mm in diameter being returned to the grinding stage.

11. A process as claimed in any of claims 1 to 10, characterized in that a granular builder component with an apparent density of 800 to 1100 g/l is obtained.

12. A process as claimed in any of claims 1 to 11, characterized in that the granular builder components obtained, which preferably consist of 100% by weight of crystalline layer silicates, are impregnated in a following step with further ingredients of detergents or cleaning formulations, more particularly with nonionic surfactants.

13. A process as claimed in any of claims 1 to 12, characterized in that the roll-compacted granules obtained, preferably impregnated with nonionic surfactants, are added to extruded granules which contain optionally highly concentrated anionic surfactant compounds and which are preferably substantially free and, more preferably, completely free from nonionic surfactants.

14. A detergent or cleaning formulation containing the builder components claimed in any of claims 1 to 13, characterized in that it contains the builder components in quantities of 10 to 70% by weight, preferably in quantities of 20 to 60% by weight and more preferably in quantities of 25 to 50% by weight and optionally other typical inorganic and/or organic builders.

Revendications

1. Procédé de fabrication d'un adjuvant contenant au moins 10 % en poids de phyllosilicates cristallins selon la formule $NaMSi_xO_{2x+1}\cdot yH_2O$, dans laquelle M représente un sodium ou un hydrogène, x est un nombre compris entre 1,9 et 4 et y est nombre de 0 à 20, au moyen de compactage par laminage à des pression de serrage allant jusqu'à 50 kN/cm longueur de cylindre,
caractérisé en ce que
les phyllosilicates cristallins et le cas échéant d'autres constituants habituels de produits de lavage et de nettoyage sont compactés à des températures de laminage comprises entre 35 et 120°C.

2. Procédé selon la revendication 1,
caractérisé en ce que
la teneur du mélange en phyllosilicates cristallins soit compris entre 50 et 99,5 % en poids, et en particulier entre 60 et 90 % en poids et en ce que le compactage soit réalisé à des températures de cylindres comprises entre 40 et 100°C, de préférence entre 45 et 90°C,

3. Procédé selon la revendication 1 ou 2,
caractérisé en ce que
le compactage par laminage est réalisé à des pressions de serrage comprises entre 7 et 35 kN/cm de longueur de cylindre, de préférence à des pressions de serrage comprises entre 10 et 25 kN/cm de longueur de cylindre.

4. Procédé selon l'une des revendications 1 à 3,
caractérisé en ce qu'
on met en oeuvre un mélange contenant les phyllosilicates cristallins et des sels d'acides inorganiques et/ou organiques, en particulier d'acides polybasiques, où la teneur du mélange en ces sels s'élève de préférence à 0,5

à 50 % en poids et en particulier à 10 à 40 % en poids.

5. Procédé selon l'une des revendications 1 a 4,
caractérisé en ce qu'
on met en oeuvre un mélange contenant les phyllosilicates cristallins et des adjuvants conventionnels tels que des phosphates et/ou des zéolithes, ou la teneur du mélange en zéolithes s'élève de préférence a 0,5 à 50 % en poids et en particulier à 1 à 20 % en poids.

6. Procédé selon l'une des revendications 1 à 5,
caractérisé en ce qu'
on met en oeuvre un mélange contenant 0 à 20 % en poids, de préférence 0 à10 % en poids d'autres ingrédients habituels de produits de lavage et de nettoyage.

7. Procédé selon l'une des revendications 1 à 6,
caractérisé en ce qu'
on met en oeuvre comme phyllosilicates cristallins des disilicates et en particulier le β-disilicate de sodium et/ou le δ-disilicate de sodium.

8. Procédé selon l'une des revendications 1 à 7,
caractérisé en ce qu'
on met en oeuvre comme sels inorganiques et/cu organiques d'acides polybasiques des sulfates et/ou des citrates.

9. Procédé selon les revendications 7 et 8,
caractérisé en ce qu'
on réalise le compactage par laminage d'un mélange composé de 70 à 90 % en poids de β-disilicate de sodium et/ou de δ-disilicate de sodium et de 10 à 30 % en poids de sulfate de sodium et/ou de citrate de sodium à des températures de cylindre comprises entre 50 et 70°C et à des pressions de serrage comprises entre 12 et 20 kN/cm de longueur de cylindre.

10. Procédé selon l'une des revendications 1 à 7,
caractérisé en ce que
la bande faite de paillettes est fragmentée au moyen de broyage habituel en granulats avec une distribution granulométrique de 0,05 mm jusqu'à 2 mm environ, de préférence avec une distribution granulométrique composée à au moins 70 % en poids de granulats d'un diamètre granulométrique compris entre 0,1 et 1,6 mm, en ce que les fractions fines avec des diamètres granulométriques inférieurs à 0,05 mm sont reconduits vers le compactage et en ce que les fractions grossières avec des diamètres granulométriques supérieurs à 2 mm sont reconduits vers le broyage.

11. Procédé selon l'une des revendications 1 à 10,
caractérisé en ce qu'
on obtient un adjuvant granuleux qui présente une densité apparente comprise entre 800 et 1100 g/l.

12. Procédé selon l'une des revendications 1 à 11,
caractérisé en ce que
les adjuvants granuleux obtenus consistant de préférence à 100 % de phyllosilicates cristallins, sont additionnés en une étape consécutive d'autres ingrédients de produits de lavage et de nettoyage, en particulier de tensioactifs non ioniques.

13. Procédé selon l'une des revendications 1 à 12,
caractérisé en ce que
les granulats contenus, compactés par laminage, de préférence additionnés de tensioactifs non ioniques sont mélangés avec des granulats extrudés contenant le cas échéant des compounds de tensioactifs anioniques très concentrés et étant de préférence pauvres en niotensioactifs jusqu'à en particulier libres de niotensioactifs.

14. Produit de lavage et de nettoyage contenant des adjuvants fabriqués suivant le procédé selon une des revendications 1 à 13,
caractérisé en ce qu'
il contient les adjuvants en quantités de 10 à 70 % en poids, de préférence en quantités de 20 à 60 % en poids

et en particulier en quantités de 25 à 50 % en poids et en particulier en quantités de 25 à 50 % en poids ainsi que le cas échéant d'autres adjuvants habituels inorganiques et/ou organiques.