

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 0 893 492 A2

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(43) Veröffentlichungstag:
27.01.1999 Patentblatt 1999/04

(51) Int. Cl.⁶: **C11D 17/06**, C11D 11/00,
C11D 11/04

(21) Anmeldenummer: 98113138.6

(22) Anmeldetag: 15.07.1998

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

(72) Erfinder:
• **Holderbaum, Thomas, Dr. Dipl.Chem.
40789 Monheim (DE)**
• **Gerst, Dirk
40599 Düsseldorf (DE)**
• **Beaujean, Hans-Josef, Dr. Dipl.-Chem.
41539 Dormagen (DE)**

(30) Priorität: 24.07.1997 DE 19731890

(71) Anmelder:
**Henkel Kommanditgesellschaft auf Aktien
40589 Düsseldorf-Holthausen (DE)**

(54) **Verfahren zur Herstellung eines lager- und rieselfähigen Granulats von aniontensidhaltigen Wasch- und Reinigungsmitteln**

(57) Es sollte ein Verfahren zur Herstellung eines Granulats von Wasch- und Reinigungsmitteln mit einer Schüttdichte oberhalb von 600 g/l zur Verfügung gestellt werden, das weder verklebt noch verfettet, auf wasser-unlösliche Zeolithe und auf Phosphate als Builderkomponenten verzichten kann, gleichwohl aber Wasch- und Reinigungsmittel, basierend auf Aniontensiden, mit hervorragenden Waschmitteleigenschaften und verzögerter Lösegeschwindigkeit der Builderkomponenten bereitstellt.

Dies wurde dadurch erreicht, daß zunächst **(a)** ein vollständig neutralisiertes Neutralisat, enthaltend mindestens eine anionische Tensidsäure, mindestens ein nicht-ionisches Tensid und Natronlauge, hergestellt, **(b)** dieses auf einen wasserlöslichen silikatischen Builder zur Herstellung eines Vorprodukts aufgetragen, **(c)** mit weiteren üblichen Waschmittelbestandteilen vermengt und schließlich **(d)** mit einer Granulierflüssigkeit granuliert wurde, wobei die Herstellung des Vorprodukts und die Herstellung des Granulats räumlich getrennt und kontinuierlich erfolgten.

Das Verfahren wird erfindungsgemäß kontinuierlich durchgeführt. Zu diesem Zweck werden mindestens zwei Mischer hintereinandergeschaltet. In dem ersten Mischer wird das Vorprodukt hergestellt, d.h. das Neutralisat, das wiederum separat hergestellt wird, wird dort auf den silikatischen Builder aufgetragen.

EP 0 893 492 A2

Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung eines lager- und rieselfähigen Granulats von anionensidhaltigen Wasch- und Reinigungsmitteln mit einer Schüttdichte oberhalb von 600 g/l sowie verfahrensgemäß hergestellte anion- und notensidhaltige Wasch- und Reinigungsmittel.

Aus dem Stand der Technik sind zahlreiche Verfahren bekannt, die entweder im kontinuierlichen oder im schrittweisen Betrieb die Herstellung von verdichteten Granulaten erlauben. So etwa beschreibt die Lehre der EP-A-420 317 eine Kombination aus schnelllaufendem Mischer/Granulator, wobei zunächst die Aniontenside in ihrer Säureform neutralisiert werden und nachgeschaltet durch die Zugabe weiterer Bestandteile ein Granulat geformt wird. Dieses Granulat ist in plastischem Zustand, weswegen weitere Verfahrensschritte erforderlich sind, etwa ein Verdichtungs- und ein Trocknungsschritt. Dieses Verfahren besitzt jedoch den Nachteil, daß die Granulate zwar einerseits eine hohe Schüttdichte aufweisen, andererseits jedoch zum Verbacken, Verkleben und Verfetten neigen, wenn nicht bestimmte Randbedingungen beachtet werden. So muß das Verfahren nahezu wasserfrei und/oder frei von nicht-ionischen Tensiden und/oder in einem bestimmten Temperaturbereich durchgeführt werden.

Aus der Patentschrift EP 0 642 576 B1 ist ein zweistufiges Verfahren zur Herstellung von Granulaten bekannt. In der Lehre dieses Dokuments wird der Einsatz von Zeolithen oder Phosphaten als Buildersubstanzen beschrieben. Phosphate werden als Builder aus umweltbiologischen Gründen jedoch weniger bevorzugt eingesetzt. Auch der Verzicht auf Zeolithe als Builderkomponenten ist auf Grund ihrer schlechten Löslichkeit bevorzugt.

Aus der Lehre der WO 93/23520 ist ein Verfahren zur Herstellung anionensidhaltiger Wasch- und Reinigungsmittel bekannt. Hierbei wird ein Neutralisat, das Aniontenside enthält, separat zubereitet. Dieses wird dann zu einem in einem Mischer vorgelegten Feststoff oder einer Feststoffmischung zugegeben und in demselben Mischer granuliert. Durch die Lehre dieses Dokuments wird eine übermäßige Wärmetönung durch die Neutralisationsreaktion vermieden. Nachteilig erweist sich bei dieser Vorgehensweise jedoch die Wahl der Feststoffe. Entweder wird auf Builder aus den Gruppen der Zeolithe oder Phosphate nicht verzichtet oder es werden die handelsüblichen kristallinen Alkalisilikate, gegebenenfalls in Kombination mit Alkalicarbonaten, eingesetzt. Durch das Auftragen des Neutralisationsmediums auf den Feststoff und die Granulierung in demselben Mischer wird jedoch ein nur schlecht rieselfähiges Produkt erhalten.

Aufgabe der Erfindung ist es daher, ein Verfahren zur Verfügung zu stellen, daß die genannten Nachteile nicht aufweist. Es soll demnach ein Verfahren zur Herstellung eines Granulats von Wasch- und Reinigungs-

mitteln zur Verfügung gestellt werden, daß durch die erfindungsgemäßen Verfahrensschritte weder verklebt noch verfettet, auf wasserunlösliche Zeolithe und auf Phosphate als Builderkomponenten verzichten kann, gleichwohl aber Wasch- und Reinigungsmittel, basierend auf Aniontensiden, mit hervorragenden Waschmitteleigenschaften und verzögerter Lösegeschwindigkeit der Builderkomponenten bereitstellt.

Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung eines lager- und rieselfähigen Granulats von anionensidhaltigen Wasch- und Reinigungsmitteln mit einer Schüttdichte oberhalb von 600 g/l, dadurch gekennzeichnet, daß zunächst (a) ein vollständig neutralisiertes Neutralisat, enthaltend mindestens eine anionische Tensidsäure, mindestens ein nicht-ionisches Tensid und Natronlauge, hergestellt, (b) dieses auf einen wasserlöslichen silikatischen Builder zur Herstellung eines Vorprodukts aufgetragen, (c) mit weiteren üblichen Waschmittelbestandteilen vermischt und schließlich (d) mit einer Granulierflüssigkeit granuliert wird, wobei die Herstellung des Vorprodukts und die Herstellung des Granulats räumlich getrennt und kontinuierlich erfolgen.

Das Verfahren wird erfindungsgemäß kontinuierlich durchgeführt. Zu diesem Zweck werden mindestens zwei Mischer hintereinandergeschaltet. In dem ersten Mischer wird das Vorprodukt hergestellt, d.h. das Neutralisat, das wiederum separat hergestellt wird, wird dort auf den silikatischen Builder aufgetragen.

In einem zweiten Mischer werden die weiteren Feststoffe und/oder Flüssigkeiten zum Vorprodukt hinzugefügt und der Granulationsschritt durchgeführt. Die gegebenenfalls nachfolgende Abpuderung mit Fließverbesserern erfolgt entweder in der Austragungszone des zweiten Mischers oder aber separat in einem nachgeschalteten dritten Mischer. Besonders bevorzugt ist als dritter Mischer zu diesem Zweck ein sogenannter Schugi-Mischer.

In einer bevorzugten Ausführungsform wird ein Verfahren beansprucht, das vorsieht, daß die mit Neutralisat behandelten, silikatischen Builder (das Vorprodukt) zunächst mit weiteren Substanzen umhüllt werden. Geeignete Hüllsubstanzen sind wasserlösliche Waschmittelbestandteile, die in Form ihrer wäßrigen Lösung auf den mit Neutralisat behandelten, silikatischen Builder aufgesprüht werden (Wirbelschichtcoating). Während dieses Auftragungsvorgangs wird überschüssiges Wasser verdampft. Vorzugsweise gelingt dies mit Disilikat- und/oder Polycarboxylat-Lösungen, z.B. in einem Fließbettrockner der Firmen Glatt, Aeromatic oder Escher-Wyss. Schließlich wird - wie oben beschrieben - dieses „gecoatete“ Vorprodukt nach Zugabe weiterer üblicher Waschmittelbestandteile in einem Granulationsschritt granuliert oder in einem (Trocken)Mischschritt zugemischt. Durch dieses als „Coating“ bezeichnete Verfahren wird das Vorprodukt in ein silierbares, rieselfähiges Compound überführt, das nun auch zwischengelagert werden kann.

In einer ganz besonders bevorzugten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung wird anstelle des „Coatings“ oder zusätzlich nach dem Coating des Vorprodukts mit z.B. Wasserglas und/oder Polycarboxylatlösung das Vorprodukt mit Fließverbesserern abgepulvert. Hierfür sind insbesondere Wessalith und/oder Fällungskieselsäuren geeignet.

Sowohl beim „Coating“ des Vorprodukts als auch alternativ beim Abputzen des Vorprodukts ohne „Coating“ bzw. bei der Kombination von „Coating“ und Abputzen ist - je nach Wassergehalt - zumindest ein teilweises Verdampfen der über das Neutralisat eingebrachten Wasseranteile wünschenswert bis erforderlich.

Die Herstellung der Neutralisate kann im Rührkessel oder in allen herkömmlichen, gewöhnlichen Mischern erfolgen und wird separat durchgeführt. Zur Neutralisierung der Aniontensidsäure(n) wird konzentrierte Natronlauge eingesetzt. Die konzentrierte Natronlauge enthält zwischen 30 und 60 Gew.-% Natriumhydroxid, vorzugsweise zwischen 45 und 55 Gew.-%. Üblicherweise wird (werden) die Aniontensidsäure(n) vorgegeben und die Natronlauge als Neutralisationsmedium hinzugefügt. Auch eine umgekehrte Vorgehensweise ist möglich. In einer anderen Ausführungsform zur Herstellung des Neutralisats wird (werden) die Niotensidkomponente(n) vorgegeben, die Aniontenside in ihrer Säureform hinzugegeben und schließlich die Neutralisierung mit konzentrierter Natronlauge durchgeführt. In einer weiteren Ausführungsform werden die drei Komponenten des Neutralisats kontinuierlich und synchron in den Mischungsprozeß eingeführt.

Das Neutralisat enthält ein oder mehrere anionische Tenside zwischen 10 und 99 Gew.-%, ein oder mehrere nicht-ionische Tenside zwischen 1 und 90 Gew.-% (jeweils bezogen auf das Neutralisat) und einen möglichst geringen Wasseranteil. Der einsetzbare Wassergehalt ist dabei abhängig von der Art und der Menge des eingesetzten Niotensids. Der Wassergehalt soll auf jeden Fall so zu bestimmen sein, daß nach der Neutralisation der Aniontensidsäure eine Flüssigphase erhalten bleibt.

Die nach dieser bevorzugten Ausführungsform hergestellten aniontensidhaltigen Mischungen sind vorzugsweise bei Temperaturen zwischen 5 und 20 °C, insbesondere zwischen 8 und 15 °C, fließ- und pumpfähig.

Als Aniontenside kommen die bekannten Sulfonate und Sulfate sowie Seifen aus vorzugsweise natürlichen Fettsäuren bzw. Fettsäuregemischen in Betracht. Vorzugsweise werden in der Ausführungsform der vollständigen Neutralisation Sulfofettsäuren und Fettsäuren in ihre Aniontenside überführt. Insbesondere ist der Einsatz von gesättigten und ungesättigten Fettsäuren mit C₈-C₁₈-Kettenlängen in Form ihrer Gemische und/oder der α -Sulfofettsäuren gesättigter C₈-C₁₈-Fettsäuren bevorzugt. Mit besonderem Vorteil können auch

Mischungen der genannten Fettsäuren und α -Sulfofettsäuren mit weiteren Sulfonsäuren und Alkylschwefelsäuren, beispielsweise Alkylbenzolsulfonsäuren und Fettalkylschwefelsäuren, eingesetzt werden.

Als Aniontenside in ihrer Säureform vom Sulfonsäuretyp kommen neben Alkylbenzolsulfonsäuren, Olefinsulfonsäuren, d.h. Gemische aus Alken- und Hydroxyalkansulfonsäuren sowie die Sulfonsäuren, wie man sie beispielsweise aus C₁₂-C₁₈-Monoolefinen mit end- und innenständiger Doppelbindung durch Sulfonieren mit gasförmigen Schwefeltrioxid erhält, in Betracht. Geeignet sind auch die Alkansulfonsäuren, die aus C₁₂-C₁₈-Alkanen durch Sulfochlorierung und Sulfoxidation und durch eine anschließende Hydrolyse bzw. durch Bisulfitaddition an Olefine erhältlich sind, sowie insbesondere die Ester von α -Sulfofettsäuren, z. B. die α -sulfonierten Methylester der hydrierten Kokos-, Palmkern-, oder Talgfettsäuren. Geeignete Alkylschwefelsäuren sind die Schwefelsäuremonoester aus primären Alkoholen natürlichen und synthetischen Ursprungs, insbesondere aus Fettalkoholen, z. B. Kokosfettalkoholen, Talgfettalkoholen, Oleylalkohol, Lauryl-, Myristyl-, Palmityl- oder Stearylalkohol, oder den C₁₀-C₂₀-Oxoalkoholen, und diejenigen sekundärer Alkohole dieser Kettenlänge. Auch die Schwefelsäuremonoester der mit 1 bis 6 Mol Ethylenoxid ethoxylierten Alkohole, wie 2-Methyl-verzweigte C₉-C₁₁-Alkohole mit im Durchschnitt 3,5 Mol Ethylenoxid sind geeignet. Insbesondere ist es bevorzugt, mindestens zwei der genannten Aniontenside in ihrer Säureform, beispielsweise Fettsäure und Alkylbenzolsulfonsäure oder Fettsäure und Sulfofettsäuren von gesättigten und/oder ungesättigten Fettsäuren bzw. Sulfofettsäurealkylester gesättigter und/oder ungesättigter Fettsäuren, einzusetzen. Dabei ist es von besonderem Vorteil, wenn zunächst die Fettsäuren zu dem vorgelegten ethoxylierten Niotensid und anschließend die weiteren sulfierten Aniontenside in ihrer Säureform hinzugegeben werden.

In einer bevorzugten Ausführungsform wird das eingesetzte Neutralisat aus Alkylbenzolsulfonsäure, Natronlauge und mindestens einem nicht-ionischen Tensid hergestellt ist. Insbesondere bevorzugt sind hierbei Alkylbenzolsulfonsäuren mit einer C₉-C₁₅-Alkylgruppe.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform wird das Neutralisat aus Alkylbenzolsulfonsäure, Natronlauge und nicht-ionischen Tensiden aus der Gruppe der ethoxylierten Niotenside hergestellt.

Die ethoxylierten Niotenside leiten sich von primären Alkoholen mit vorzugsweise 9 bis 18 Kohlenstoffatomen und durchschnittlich 1 bis 12 Mol Ethylenoxid pro Mol Alkohol ab, in denen der Alkoholrest linear oder in 2-Stellung methylverzweigt sein kann, bzw. lineare und methylverzweigte Reste im Gemisch enthalten kann, so wie sie üblicherweise in Oxoalkoholresten vorliegen. Insbesondere sind jedoch lineare Reste aus Alkoholen nativen Ursprungs mit 12 bis 18 Kohlenstoffatomen bevorzugt, wie z. B. Kokos-, Talgfett oder Oleylalkohol.

Die angegebenen Ethoxylierungsgrade stellen statistische Mittelwerte dar, die für ein spezielles Produkt eine ganze oder eine gebrochene Zahl sein können. Bevorzugte Alkoholethoxylate weisen eine eingeschränkte Homologenverteilung (Narrow range ethoxylates, NRE) auf. Insbesondere sind Alkoholethoxylate bevorzugt, die durchschnittlich 2 bis 8 Ethylenoxidgruppen aufweisen. Zu den bevorzugten ethoxylierten Alkoholen gehören beispielsweise C₉-C₁₁-Oxoalkohol mit 7 EO, C₁₃-C₁₅-Oxoalkohol mit 3 EO, 5 EO, 7 EO oder 8 EO und insbesondere C₁₂-C₁₄-Alkohole mit 3 EO oder 4 EO, C₁₂-C₁₈-Alkohole mit 3 EO, 5 EO oder 7 EO und Mischungen aus diesen wie Mischungen aus C₁₂-C₁₄-Alkohol mit 3 EO und C₁₂-C₁₈-Alkohol mit 5 EO.

Diese Mischung aus Aniontensid in Säureform und ethoxylierten Niotensiden kann in einem breiten Gewichtsverhältnis, vorzugsweise in einem Gewichtsverhältnis Aniontensid in Säureform zu ethoxyliertem Niotensid von 1 : 0,5 bis 1 : 30, insbesondere bis 1 : 20, hergestellt werden. Dabei werden vorteilhafterweise im Fall der vollständigen Neutralisation Mischungen eingesetzt, in denen das Gewichtsverhältnis Aniontensid in Säureform zu ethoxyliertem Niotensid kleiner als 1, vorzugsweise 1 : 2 bis 1 : 20 und insbesondere kleiner als 1 : 5 ist.

In einer bevorzugten Ausführungsform wird bei einer Temperatur von mindestens 50 °C das separat hergestellte Neutralisat auf den silikatischen Builder im ersten Mischer aufgebracht. Insbesondere bevorzugt sind hierbei Temperaturen zwischen 70 °C und 90 °C. Die Zudosierung erfolgt bei laufendem Mischer und Messerkranz. Als geeignete Mischer seien z.B. Eirich-Mischer der Serien R und RV, hergestellt durch die Maschinenfabrik Gustav Eirich, Hardheim, Deutschland, die Fukae FS-G Mischer, hergestellt durch die Fukae Powtech Kogyo Co., Japan, die Lödige FM, KM und CB Mischer, hergestellt durch die Lödige Maschinenbau GmbH, Paderborn, Deutschland, oder die Drais Serien T oder K-T, hergestellt durch die Drais Werke GmbH, Mannheim, Deutschland, genannt. Dabei wird das Neutralisat vorzugsweise über Düsen in den Mischer eingeführt. Die Zugabe kann aber auch - wenn auch weniger bevorzugt - manuell, etwa durch Schütten, erfolgen.

Als silikatische Builderkomponenten werden granulare, durch Sprühtrocknung, Verdichtung und Vermahlen erhaltene Natrium- und/oder Kaliumsilikate mit einem molaren SiO₂:M₂O-Verhältnis von vorzugsweise 2,0 bis 3,0, insbesondere Natriumsilikate mit einem gewissen Wassergehalt eingesetzt. Der Wassergehalt liegt vorzugsweise zwischen 15 und 22 Gew.-%. Im Rahmen der Erfindung werden nur granulare Silikate verwendet. Insbesondere wird auf den Einsatz von Alkalicarbonaten verzichtet. Insbesondere bevorzugt sind granulare Silikate, ausgewählt aus den käuflich erwerblichen granularen Britesil^(R)-Disilikaten (Handelsprodukte von AKZO-PQ Silica) des Typs H20 (Modul 2,0), H20 Plus (Modul 2,0) und H24 (Modul 2,4), welche

sich als Substitute für Zeolithe und/oder kristalline schichtförmige Disilikate eignen. Die verfahrensgemäß hergestellten Wasch- und Reinigungsmittel enthalten mindestens 15 Gew.-%, insbesondere 30 bis 60 Gew.-%, bezogen auf die gesamte Wasch- oder Reinigungsmittelrezeptur, dieser granularen Silikate. Diese wasserlöslichen amorphen, granularen Silikate sind insbesondere auch gegenüber vermahlenem Wasserglas bevorzugt. Sie weisen, verglichen mit Wasserglas, ein deutlich verzögertes Löseverhalten auf. Damit werden die genannten Alkalisilikate auch ihrer Builderwirkung gerecht, ohne jedoch unlösliche Wasch- oder Reinigungsrückstände zu hinterlassen.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform wird dem mit Neutralisat behandelten Builder mindestens eine weitere anionische Tensidkomponente und/oder eine Seifenkomponente neben anderen typischen Waschmittelkomponenten zugesetzt.

Hierbei kommen als Tenside bevorzugt Tenside vom Sulfonat-Typ, insbesondere bevorzugt C₉-C₁₃-Alkylbenzolsulfonate, Olefinsulfonate, d.h. Gemische aus Alken- und Hydroxyalkansulfonaten sowie Disulfonaten, wie man sie beispielsweise aus C₁₂-C₁₈-Monoolefinen mit end- oder innenständiger Doppelbindung durch Sulfonieren mit gasförmigem Schwefeltrioxid und anschließende alkalische oder saure Hydrolyse der Sulfonierungsprodukte erhält, in Betracht. Geeignet sind aber auch Alkansulfonate, die aus C₁₂-C₁₈-Alkanen beispielsweise durch Sulfochlorierung oder Sulfoxidation mit anschließender Hydrolyse bzw. Neutralisation gewonnen werden.

Bevorzugte Aniontenside sind auch die Salze der Alkylsulfobornsteinsäure, die auch als Sulfosuccinate oder als Sulfobornsteinsäureester bezeichnet werden und die Monoester und/oder Diester der Sulfobornsteinsäure mit Alkoholen, vorzugsweise Fettalkoholen und insbesondere ethoxylierten Fettalkoholen darstellen. Bevorzugte Sulfosuccinate enthalten C₈-C₁₈-Fettalkoholreste oder Mischungen aus diesen. Insbesondere bevorzugte Sulfosuccinate enthalten einen Fettalkoholrest, der sich von ethoxylierten Fettalkoholen ableitet, die für sich betrachtet nichtionische Tenside darstellen. Dabei sind wiederum Sulfosuccinate, deren Fettalkoholreste sich von ethoxylierten Fettalkoholen mit eingeschränkter Homologenverteilung ableiten, besonders bevorzugt.

Geeignet sind auch die Ester von α -Sulfofettsäuren (Estersulfonate), z.B. die α -sulfonierten Methylester der hydrierten Kokos-, Palmkern- oder Talgfettsäuren.

Als Alk(en)ylsulfate werden die Alkali- und insbesondere die Natriumsalze der Schwefelsäurehalbeste der C₁₂-C₁₈-Fettalkohole beispielsweise aus Kokosfettalkohol, Talgfettalkohol, Lauryl-, Myristyl-, Cetyl- oder Stearylalkohol oder der C₁₀-C₂₀-Oxoalkohole und diejenigen Halbeste sekundärer Alkohole dieser Kettenlänge bevorzugt. Weiterhin bevorzugt sind Alk(en)ylsulfate der genannten Kettenlänge, welche einen synthetischen, auf petrochemischer Basis herge-

stellten geradkettigen Alkylrest enthalten, die ein analoges Abbauverhalten besitzen wie die adäquaten Verbindungen auf der Basis von fettchemischen Rohstoffen. Aus waschtechnischem Interesse sind C₁₂-C₁₆-Alkylsulfate und C₁₂-C₁₅-Alkylsulfate sowie C₁₄-C₁₅-Alkylsulfate insbesondere bevorzugt. Auch 2,3-Alkylsulfate, welche beispielsweise gemäß den US-Patentschriften 3,234,258 oder 5,075,041 hergestellt werden und als Handelsprodukte der Shell Oil Company unter dem Namen DAN^(R) erhalten werden können, sind geeignete Aniontenside.

Auch die Schwefelsäuremonoester der mit 1 bis 6 Mol Ethylenoxid ethoxylierten Alkohole, wie 2-Methylverzweigte C₉-C₁₁-Alkohole mit im Durchschnitt 3,5 Mol Ethylenoxid, sind geeignet.

Die anionischen Tenside können in Form ihrer Natrium-, Kalium- oder Ammoniumsalze sowie als lösliche Salze organischer Basen, wie Mono-, Di- oder Triethanolamin, vorliegen. Vorzugsweise liegen die anionischen Tenside in Form ihrer Natrium- oder Kaliumsalze, insbesondere in Form der Natriumsalze vor.

Die Aniontenside werden vorzugsweise in Mengen von 3 bis 25 Gew.-%, insbesondere in Mengen von 10 bis 20 Gew.-%, jeweils bezogen auf die Summe der eingesetzten Bestandteile, eingesetzt. Ihr Gehalt kann jedoch auch über 15 Gew.-% hinausgehen. Bevorzugte Aniontenside sind Fettalkylsulfate, Alkylbenzolsulfonate, Sulfosuccinate sowie Mischungen aus diesen, wie Mischungen aus Fettalkylsulfaten und Sulfosuccinaten oder Fettalkylsulfaten und Fettalkylbenzolsulfaten, insbesondere in Kombination mit Seife. Dabei ist es insbesondere bevorzugt, daß wenigstens ein Teil der Sulfonat- und/oder Sulfat-Tenside nicht als fester Bestandteil, sondern in flüssiger Form als Bestandteil der Granulierflüssigkeit eingesetzt wird.

Als weitere Tenside kommen Seifen, entweder allein oder in Kombination mit den genannten anionischen Tensiden, in Betracht. Geeignet sind insbesondere gesättigte Fettsäureseifen, wie Salze der Myristin-, Laurin-, Palmitin- oder Stearinsäure. Ebenfalls geeignet sind ungesättigte Fettsäuren, die sich beispielsweise von der Ölsäure ableiten. Geeignet sind auch Fettsäuregemische, die sich aus natürlichen Ressourcen extrahieren lassen, z.B. Kokos-, Palmkern- oder Talgfettsäuren. Insbesondere sind solche Seifengemische bevorzugt, die zu 50 bis 100 Gew.-% aus gesättigten C₁₂-C₁₈-Fettsäureseifen zusammengesetzt sind. Die Seifen liegen vorzugsweise in Mengen von 0,5 bis 8 Gew.-% vor.

Als weitere typische Komponenten von Wasch- und Reinigungsmitteln werden beispielsweise organische Cobuilder, Vergrauungsinhibitoren, wie etwa anionische und/oder nicht-ionische Cellulosederivate, insbesondere Carboxymethylcellulose (CMC) und/oder Methylcellulose (MC), und Polyvinylpyrrolidon (PVP) oder Schauminhibitoren, wie etwa Silikone oder Paraffinöle auf granularen Trägern und Fettalkylphosphorsäureestern eingesetzt.

Brauchbare organische Gerüstsubstanzen sind beispielsweise die in Form ihrer Natriumsalze einsetzbaren Polycarbonsäuren, wie Citronensäure, Adipinsäure, Bernsteinsäure, Glutarsäure, Weinsäure, Zuckersäuren, Aminocarbonsäuren, Nitrotriessigsäure (NTA), sofern ein derartiger Einsatz aus ökologischen Gründen nicht zu beanstanden ist, sowie Mischungen aus diesen. Bevorzugte Salze sind die Salze der Polycarbonsäuren wie Citronensäure, Adipinsäure, Bernsteinsäure, Glutarsäure, Weinsäure, Zuckersäuren und Mischungen aus diesen.

Auch die Säuren an sich können eingesetzt werden. Die Säuren besitzen neben ihrer Builderwirkung typischerweise auch die Eigenschaft einer Säurekomponente und dienen somit auch zur Einstellung eines niedrigeren und milderer pH-Wertes von Wasch- oder Reinigungsmitteln. Insbesondere sind hierbei Citronensäure, Bernsteinsäure, Glutarsäure, Adipinsäure, Gluconsäure und beliebige Mischungen aus diesen zu nennen.

Weitere geeignete organische Buildersubstanzen sind Dextrine, beispielsweise Oligomere bzw. Polymere von Kohlenhydraten, die durch partielle Hydrolyse von Stärken erhalten werden können. Die Hydrolyse kann nach üblichen, beispielsweise säure- oder enzymkatalysierten Verfahren durchgeführt werden. Vorzugsweise handelt es sich um Hydrolyseprodukte mit mittleren Molmassen im Bereich von 400 bis 500000. Dabei ist ein Polysaccharid mit einem Dextrose-Äquivalent (DE) im Bereich von 0,5 bis 40, insbesondere von 2 bis 30 bevorzugt, wobei DE ein gebräuchliches Maß für die reduzierende Wirkung eines Polysaccharids im Vergleich zu Dextrose, welche ein DE von 100 besitzt, ist. Brauchbar sind sowohl Maltodextrine mit einem DE zwischen 3 und 20 und Trockenglucosesirupe mit einem DE zwischen 20 und 37 als auch sogenannte Gelbdextrine und Weißdextrine mit höheren Molmassen im Bereich von 2000 bis 30000. Ein bevorzugtes Dextrin ist in der britischen Patentanmeldung 94 19 091 beschrieben. Bei den oxidierten Derivaten derartiger Dextrine handelt es sich um deren Umsetzungsprodukte mit Oxidationsmitteln, welche in der Lage sind, mindestens eine Alkoholfunktion des Saccharidrings zur Carbonsäurefunktion zu oxidieren. Derartige oxidierte Dextrine und Verfahren ihrer Herstellung sind beispielsweise aus den europäischen Patentanmeldungen EP-A-0 232 202, EP-A-0 427 349, EP-A-0 472 042 und EP-A-0 542 496 sowie den internationalen Patentanmeldungen WO-A-92/18542, WO-A-93/08251, WO-A-94/28030, WO-A-95/07303, WO-A-95/12619 und WO-A-95/20608 bekannt. Ein an C₆ des Saccharidrings oxidiertes Produkt kann besonders vorteilhaft sein.

Weitere brauchbare organische Cobuilder sind beispielsweise acetylierte Hydroxycarbonsäuren bzw. deren Salze, welche gegebenenfalls auch in Lactonform vorliegen können und welche mindestens 4 Kohlenstoffatome und mindestens eine Hydroxygruppe sowie maximal zwei Säuregruppen enthalten. Derartige

Cobuilder werden beispielsweise in der internationalen Patentanmeldung WO-A-95/20029 beschrieben.

Geeignete polymere Polycarboxylate sind beispielsweise die Natriumsalze der Polyacrylsäure oder der Polymethacrylsäure, beispielsweise solche mit einer relativen Molekülmasse von 800 bis 150000 (auf Säure bezogen). Geeignete copolymerische Polycarboxylate sind insbesondere solche der Acrylsäure mit Methacrylsäure und der Acrylsäure oder Methacrylsäure mit Maleinsäure. Als besonders geeignet haben sich Copolymerische der Acrylsäure mit Maleinsäure erwiesen, die 50 bis 90 Gew.-% Acrylsäure und 50 bis 10 Gew.-% Maleinsäure enthalten. Ihre relative Molekülmasse, bezogen auf freie Säuren, beträgt im allgemeinen 5000 bis 200000, vorzugsweise 10000 bis 120000 und insbesondere 50000 bis 100000. Auch homopolymere Salze der Acrylsäure mit relativen Molekülmassen zwischen etwa 2000 und etwa 15000, insbesondere zwischen 4000 und 10000 sind geeignet.

Die (co-)polymeren Polycarboxylate können entweder als Pulver oder als wäßrige Lösung eingesetzt werden, wobei 20 bis 55 Gew.-%ige wäßrige Lösungen bevorzugt sind.

Insbesondere bevorzugt sind auch Polymere aus mehr als zwei verschiedenen Monomereinheiten, beispielsweise solche, die gemäß der DE-A-43 00 772 als Monomere Salze der Acrylsäure und der Maleinsäure sowie Vinylalkohol bzw. Vinylalkohol-Derivate oder gemäß der DE-C-42 21 381 als Monomere Salze der Acrylsäure und der 2-Alkylallylsulfonsäure sowie Zucker-Derivate enthalten.

Weitere bevorzugte Copolymerische sind solche, die in den deutschen Patentanmeldungen DE-A-43 03 320 und DE-A-44 17 734 beschrieben werden und als Monomere vorzugsweise Acrolein und Acrylsäure/Acrylsäuresalze bzw. Acrolein und Vinylacetat aufweisen.

Weitere geeignete Buildersubstanzen sind Oxidationsprodukte von carboxylgruppenhaltigen Polyglucosanen und/oder deren wasserlöslichen Salzen, wie sie beispielsweise in der internationalen Patentanmeldung WO-A-93/08251 beschrieben werden oder deren Herstellung beispielsweise in der internationalen Patentanmeldung WO-A-93/16110 beschrieben wird. Ebenfalls geeignet sind auch oxidierte Oligosaccharide gemäß der älteren deutschen Patentanmeldung P 196 00 018.1.

Ebenso sind als weitere bevorzugte Buildersubstanzen polymere Aminodicarbonsäuren, deren Salze oder deren Vorläufersubstanzen zu nennen. Besonders bevorzugt sind Polyasparaginsäuren bzw. deren Salze und Derivate, von denen in der deutschen Patentanmeldung P 195 40 086.0 offenbart wird, daß sie neben Cobuilder-Eigenschaften auch eine bleichstabilisierende Wirkung aufweisen.

Weitere geeignete Buildersubstanzen sind Polyacetale, welche durch Umsetzung von Dialdehyden mit Polyolcarbonsäuren, welche 5 bis 7 C-Atome und min-

destens 3 Hydroxylgruppen aufweisen, beispielsweise wie in der europäischen Patentanmeldung EP-A-0 280 223 beschrieben, erhalten werden können. Bevorzugte Polyacetale werden aus Dialdehyden wie Glyoxal, Glutaraldehyd, Terephthalaldehyd sowie deren Gemischen und aus Polyolcarbonsäuren wie Gluconsäure und/oder Glucoheptonsäure erhalten.

Zu den weiteren granularen Bestandteilen gehören beispielsweise auch kompaktierte Bleichmittel- bzw. Bleichaktivatorgranulate, Enzym-Granulate, Schauminhibitor-Granulate, vorzugsweise konzentrierte Schauminhibitor-Granulate sowie granuläre Träger für Farb- und Duftstoffe.

Als Bleichaktivatoren dienen beispielsweise mit H_2O_2 organische Persäuren bildende N-Acyl- bzw. O-Acyl-Verbindungen, vorzugsweise N,N'-tetraacylierte Diamine, ferner Carbonsäureanhydride und Ester von Polyolen wie Glucosepentaacetat. Der Gehalt der bleichmittelhaltigen Mittel an Bleichaktivatoren liegt in dem üblichen Bereich, vorzugsweise zwischen 1 und 10 Gew.-% und insbesondere zwischen 2 und 8 Gew.-%. Besonders bevorzugte Bleichaktivatoren sind N,N,N',N'-Tetraacetyl-ethylendiamin (TAED) und 1,5-Diacetyl-2,4-dioxo-hexahydro-1,3,5-triazin (DADHT).

Als Enzyme kommen solche aus der Klasse der Proteasen, Lipasen, Amylasen, Cellulasen bzw. deren Gemische in Frage. Besonders gut geeignet sind aus Bakterienstämmen oder Pilzen, wie *Bacillus subtilis*, *Bacillus licheniformis* und *Streptomyces griseus* gewonnene enzymatische Wirkstoffe. Vorzugsweise werden Proteasen vom Subtilisin-Typ und insbesondere Proteasen, die aus *Bacillus lentus* gewonnen werden, eingesetzt. Ihr Anteil kann etwa 0,2 bis etwa 2 Gew.-% betragen. Die Enzyme können an Trägerstoffen adsorbiert und/oder in Hüllsubstanzen eingebettet sein, um sie gegen vorzeitige Zersetzung zu schützen.

Als Stabilisatoren insbesondere für Perverbindungen und Enzyme kommen beispielsweise die Salze von Polyphosphonsäuren, insbesondere 1-Hydroxyethan-1,1-diphosphonsäure (HEDP) in Betracht.

Als Schauminhibitoren eignen sich beispielsweise Seifen natürlicher oder synthetischer Herkunft, die einen hohen Anteil an C_{18} - C_{24} -Fettsäuren aufweisen. Geeignete nichttensidartige Schauminhibitoren sind beispielsweise Organopolysiloxane und deren Gemische mit mikrofeiner, ggf. silanierter Kieselsäure sowie Paraffine, Wachse, Mikrokristallwachse und deren Gemische mit silanierter Kieselsäure. Mit Vorteil werden auch Gemische aus verschiedenen Schauminhibitoren verwendet, z.B. solche, aus Silikonem, Paraffinen oder Wachsen.

Als weitere typische Waschmittelkomponenten können Bleichmittel dem Vorprodukt zugesetzt werden.

In einer bevorzugten Ausführungsform werden als Bleichmittel insbesondere Perborate und/oder Percarbonate eingesetzt. Vorzugsweise werden Natriumperborattetrahydrat und Natriumperboratmonohydrat verwendet. Unter den Percarbonaten werden vorzugs-

weise Natriumpercarbonate verwendet. Neben oder anstatt den (der) Perborate(n) und den (der) Percarbonate(n) können gegebenenfalls auch Peroxyphosphosphate, Citratperhydrate sowie H₂O₂ liefernde persaurer Salze oder Persäuren, etwa Perbenzoate und/oder Peroxaphthalate, zum Einsatz kommen. Der Anteil der Bleichmittel, bezogen auf das fertige Produkt, beträgt 5 bis 25 Gew.-%, insbesondere 10 bis 20 Gew.-%. Erfindungsgemäß werden die Bleichmittel neben den anderen oben genannten üblichen Waschmittelkomponenten dem behandelten Builder zur Herstellung des Vorprodukts zugesetzt. Gegebenenfalls kann die Zugabe der Bleichmittel ganz oder teilweise aber auch in einem der Granulation nachgeschalteten Aufbereitungsschritt erfolgen.

Das Vorprodukt oder das durch „Coating“ und/oder Abpulvern weiterbehandelte Vorprodukt wird in dem zweiten Mischer mit weiteren üblichen Waschmittelrohstoffen vermischt und unter Zugabe von Flüssigkeit(en) granuliert. Bevorzugt ist hierbei der Einsatz von Polycarboxylat-Lösung als Granulationsflüssigkeit.

In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform wird als Granulationsflüssigkeit im Granulationsschritt eine Mischung aus optischen Aufhellern und Polycarboxylat-Lösung zugesetzt. Als optische Aufheller kommen Derivate der Diaminostilbendisulfonsäure bzw. deren Alkalimetallsalze in Betracht. Geeignet sind z.B. Salze der 4,4'-Bis(2-anilino-4-morpholino-1,3,5-triazin-6-yl-amino)stilben-2,2'-disulfonsäure oder gleichartig aufgebaute Verbindungen, die anstelle der Morpholino-Gruppe eine Diethanolaminogruppe, eine Methylaminogruppe, eine Anilinogruppe oder eine 2-Methoxyethylaminogruppe tragen. Weiterhin können Aufheller vom Typ des substituierten 4,4'-Distyryl-di-phenyls anwesend sein, z.B. die Verbindung 4,4'-Bis(4-chlor-3-sulfonyl)diphenyl. Auch Gemische der vorgenannten Aufheller können verwendet werden. Besonders einheitlich weiße Granulate werden erhalten, wenn die Mittel außer den üblichen Aufhellern in üblichen Mengen, beispielsweise zwischen 10⁻⁶ bis 10⁻³ Gew.-%, vorzugsweise zwischen 0,1 und 0,3 Gew.-%, auch geringe Mengen, beispielsweise 10⁻⁶ bis 10⁻³ Gew.-%, vorzugsweise um 10⁻⁵ Gew.%, eines blauen Farbstoffes enthält. Ein besonders bevorzugter Farbstoff ist Tinolux[®] (Handelsprodukt der Ciba-Geigy).

Die Granulation wird erfindungsgemäß als Misch-, Preß- oder Walzengranulation in dem Fachmann geläufigen Mischern, Extrudern oder Walzenpressen durchgeführt. Die Granulation erfolgt jedoch insbesondere bevorzugt in einem Mischer/Granulator. Als geeignete Mischer seien z.B. Eirich-Mischer der Serien R und RV, hergestellt durch die Maschinenfabrik Gustav Eirich, Hardheim, Deutschland, die Fukae FS-G Mischer, hergestellt durch die Fukae Powtech Kogyo Co., Japan, die Lödige FM, KM und CB Mischer, hergestellt durch die Lödige Maschinenbau GmbH, Paderborn, Deutschland, oder die Drais Serien T oder K-T, hergestellt durch die Drais Werke GmbH, Mannheim, Deutschland, genannt.

Auch Intensivmischer der Firma IMCATEC (Deutschland) kommen in Betracht. Die übliche, zur Granulation benötigte Verweilzeit in diesen Mischern liegt im Bereich von einer Minute bis ca. 10 Minuten.

In einer bevorzugten Ausführungsform wird das erfindungsgemäß hergestellte Granulat unter Verwendung von Fließverbesserern am Ende der Granulierung abgepulvert und getrocknet. Insbesondere bevorzugt sind hierbei als Fließverbesserer amorphe und/oder kristalline Aluminiumsilikate sowie Kieselsäuren. Unter den Aluminiumsilikaten ist Zeolith A und/oder X und/oder P, beispielsweise Wessalith P[®] (Handelsprodukt der Firma Degussa, Deutschland), und unter den Kieselsäuren Sipernat[®] ganz besonders bevorzugt. Die Fließverbesserer werden dem Granulat üblicherweise untergemischt. Ihr Anteil, bezogen auf das Fertigprodukt, beträgt zwischen 0,5 und 8 Gew.-%. Insbesondere bevorzugt ist ein Anteil der Kieselsäuren zwischen 0,5 und 3 Gew.-% und/oder ein Anteil der Zeolithe zwischen 1,5 und 7,5 Gew.-%.

Das Zwischenprodukt enthält typischerweise zwischen 0 und 10 Gew.-% Niotensid, von 40 bis 65 Gew.-% Disilikat, von 5 bis 15 Gew.-% ABS, von 2 bis 10 Gew.-% Fließverbesserer, von 0 bis 20 Gew.-% Polycarboxylat sowie Wasser.

Der Trocknungsschritt wird in der Wirbelschicht insbesondere bei Zulufttemperaturen unterhalb von 180 °C durchgeführt. Derart erfindungsgemäß hergestellte Produkte weisen eine Schüttdichte von mehr als 600 g/l auf. Die erfindungsgemäß hergestellten Granulate sind schütt- und rieselfähig, nicht klebend und nahezu staubfrei.

Hierauf folgt verfahrensgemäß die dem Fachmann geläufige Aufbereitung des Granulats zum Fertigprodukt.

Die granularen Wasch- und Reinigungsmittel, hergestellt nach dem erfindungsgemäßen Verfahren, enthalten vorzugsweise zwischen 3 und 12 Gew.-%, insbesondere zwischen 3 und 6 Gew.-% Niotenside, 10 bis 60 Gew.-%, insbesondere zwischen 30 und 60 Gew.-% Alkalisilikate als vorgelegten Feststoff und 10 bis 35 Gew.-%, insbesondere zwischen 15 und 35 Gew.-% anionische Tenside. Die erfindungsgemäß hergestellten Granulate haben eine Schüttdichte oberhalb von 600 g/l, vorzugsweise zwischen 700 und 1000 g/l.

Die vorliegende Erfindung wird durch die nachfolgenden Ausführungsbeispiele näher erläutert: Beispiele

Beispiel 1

a) In einem 130 Liter Lödige-Pflugscharmischer wurden 13,44 kg Britesil H20[®] vorgelegt und Neutralisatlösung, hergestellt aus C₁₂-C₁₈-Fettalkohol mit 7 EO (1,5 kg), Alkylbenzolsulfonsäure (ABS-Saure) (1,7 kg) und 50 Gew.-%iger Natronlauge (0,46 kg), bei 80 °C und laufendem Mischer und Messerkranz zudosiert.

b) Zu diesem Vorprodukt wurden 1,8 kg Sokalan

CP5[®] (Copolymeres Natriumsalz der Acrylsäure und der Maleinsäure) als Pulver, 0,3 kg Seife, 0,26 kg Phosphonat, 6,3 kg C₁₂-C₁₈-Alkylsulfat (FAS) und 17 g optischer Aufheller gegeben und bei laufendem Mischer und Messerkranz mit der zweiten Granulierflüssigkeit, enthaltend eine 30 Gew.-%ige Sokalan CP5[®]-Lösung (1,7 kg) und optischen Aufheller (4 g), granuliert. Zur Fließverbesserung wurden dann 1,6 kg Zeolith A und 1 kg Kieselsäure untergemischt und das so erhaltene Granulat in einem Wirbelschichttrockner getrocknet.

Das Granulat mit einem Gewichtsverhältnis FAS:ABS von etwa 3,3:1 war gut rieselfähig und wies eine Schüttdichte von 810 g/l auf.

Beispiel 2

Die bereits in Ausführungsbeispiel 1 eingesetzten Komponenten wurden in dieser Rezeptur auf die gleiche Weise wie in Beispiel 1 verarbeitet. Abgesehen vom veränderten Verhältnis von FAS:ABS (1,2:1) und den daraus resultierenden Veränderungen in der Neutralisatzusammensetzung bzw. dem Neutralisatanteil wurden die gleichen Stoffmengen - insbesondere an Aniontensiden - wie in der Rezeptur des Beispiels 1 vorgelegt.

Das erhaltene Granulat war ebenfalls gut rieselfähig und hatte eine Schüttdichte von 920 g/l.

Vergleichsbeispiel

Die Herstellung dieses Granulats erfolgte im „Einschrittverfahren“, d.h. diese Verarbeitung erfolgte im gleichen Mischer ohne Trennung von Vorproduktherstellung und Granulation. Die Rezeptur der beim vorliegenden Vergleichsbeispiel eingesetzten Mischung und die eingesetzten Rohstoffe, Compounds und Granulierflüssigkeiten entsprechen der Rezeptur und den Einsatzstoffen des Beispiels 1.

Hierbei wurden Britesil[®], Sokalan CP 5[®] als Pulver, Seife, Phosphonat, FAS und optischer Aufheller in der gleichen Weise wie in Beispiel 1 vorgelegt und zunächst (a) das Neutralisat und dann (b) die Copolymer-haltige Granulierflüssigkeit hinzugegeben. Es wurde danach über den gleichen Zeitraum wie bei den Beispielen 1 und 2 granuliert. Die weiteren Verfahrensschritte (Abpuderung mit Fließverbesserern und Trocknung) waren identisch mit dem Vorgehen in den Beispielen 1 und 2.

Das Granulat verklumpte im Trockner und bei der anschließenden Grobkornabsiebung, so daß Anbakungen entstanden. Eine betriebssichere Produktion war somit nicht möglich.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines lager- und rieselfä-

higen Granulats von aniontensidhaltigen Wasch- und Reinigungsmitteln mit einer Schüttdichte oberhalb von 600 g/l, dadurch gekennzeichnet, daß zunächst (a) ein vollständig neutralisiertes Neutralisat, enthaltend mindestens eine anionische Tensidsäure, mindestens ein nicht-ionisches Tensid und Natronlauge, hergestellt, (b) auf einen wasserlöslichen silikatischen Builder zur Herstellung eines Vorprodukts aufgetragen, (c) dieses mit weiteren üblichen Waschmittelbestandteilen vermengt und schließlich (d) mit einer Granulierflüssigkeit granuliert wird, wobei die Herstellung des Vorprodukts und die Herstellung des Granulats räumlich getrennt und kontinuierlich erfolgen.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß nach der Herstellung des nicht rieselfähigen Vorprodukts dieses durch ein „Coating“ mit Hüllsubstanzen behandelt wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß das Vorprodukt vor der Granulierung mit Fließverbesserern abgedudert wird.
4. Verfahren nach einem der vorgenannten Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß das eingesetzte Neutralisat aus Alkylbenzolsulfonsäure, Natronlauge und mindestens einem nicht-ionischen Tensid hergestellt ist.
5. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß das Neutralisat aus Alkylbenzolsulfonsäure, Natronlauge und nicht-ionischen Tensiden aus der Gruppe der ethoxylierten Niotenside hergestellt ist.
6. Verfahren nach einem der vorgenannten Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Zudosierung des Neutralisats bei einer Temperatur von mindestens 50 °C und bei laufendem Mischer erfolgt.
7. Verfahren nach einem der vorgenannten Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß zu den nach Behandlung mit dem Neutralisat erhaltenen Buildern unter den weiteren Waschmittelbestandteilen mindestens ein weiteres anionisches Tensid und/oder mindestens eine weitere Seifenkomponente hinzugefügt wird.
8. Verfahren nach einem der vorgenannten Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß als Bleichmittel Perborate und/oder Percarbonate eingesetzt werden.
9. Verfahren nach einem der vorgenannten Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß beim Granulationsschritt als zudosierte Granulierflüssigkeit eine Polycarboxylat-Lösung eingesetzt wird.

10. Verfahren nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, daß die Polycarboxylat-Lösung optische Aufheller enthält.
11. Verfahren nach einem der vorgenannten Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß das granuliertes Produkt durch oberflächliche Einarbeitung von Fließverbesserern abgepudert wird. 5
12. Verfahren nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, daß als Fließverbesserer Zeolithe und/oder amorphe und/oder kristalline Alumosilikate eingesetzt werden. 10
13. Wasch- und Reinigungsmittel, hergestellt nach einem der vorgenannten Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß es 3 bis 12 Gew.-% Niotenside, 10 bis 60 Gew.-% Alkalisilikate als vorgelegten Feststoff und 10 bis 35 Gew.-% anionische Tenside enthält. 15 20
14. Wasch- und Reinigungsmittel, hergestellt nach einem der vorgenannten Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß es 3 bis 12 Gew.-% Niotenside, 30 bis 60 Gew.-% Alkalisilikate als vorgelegten Feststoff und 15 bis 35 Gew.-% anionische Tenside enthält. 25

30

35

40

45

50

55