

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 0 900 266 B1

(12)

EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des
Hinweises auf die Patenterteilung:
09.10.2002 Patentblatt 2002/41

(51) Int Cl.7: **C11D 7/26**, C11D 7/06,
C11D 7/32, C11D 17/00

(21) Anmeldenummer: **97920726.3**

(86) Internationale Anmeldenummer:
PCT/EP97/01990

(22) Anmeldetag: **21.04.1997**

(87) Internationale Veröffentlichungsnummer:
WO 97/041203 (06.11.1997 Gazette 1997/47)

(54) **VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON KOMPAKTREINIGERN FÜR GEWERBLICHE GESCHIRRSPÜLMASCHINEN**

METHOD OF PRODUCING COMPACT CLEANING AGENTS FOR INDUSTRIAL DISH WASHING
MACHINES

METHODE DE PREPARATION DE NETTOYANTS COMPACTS POUR LAVE-VAISSELLES
INDUSTRIELS

(84) Benannte Vertragsstaaten:

DE FR GB IT

Benannte Erstreckungsstaaten:

SI

(56) Entgegenhaltungen:

WO-A-95/07976

WO-A-95/18213

US-A- 4 753 755

(30) Priorität: **30.04.1996 DE 19617215**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
10.03.1999 Patentblatt 1999/10

(73) Patentinhaber: **Ecolab GmbH & Co. OHG**
40589 Düsseldorf (DE)

(72) Erfinder:

- **HEMM, Dieter**
D-40724 Hilden (DE)
- **HELLMANN, Günter**
D-40723 Hilden (DE)
- **WILBERT, Klaus**
D-40627 Düsseldorf (DE)

- **DATABASE WPI Section Ch, Week 9302 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class D25, AN 93-014186 XP002038631 & JP 04 342 800 A (LION HYGIENE KK) , 30.November 1992**
- **DATABASE WPI Section Ch, Week 8712 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class A97, AN 87-083522 XP002038632 & JP 62 034 998 A (KAO CORP) , 14.Februar 1987**
- **DATABASE WPI Section Ch, Week 8706 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class A97, AN 87-040197 XP002005241 & JP 61 296 098 A (NIPPON TEEPOL KK) , 26.Dezember 1986 in der Anmeldung erwähnt**

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 0 900 266 B1

Beschreibung

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung wasserhaltiger Reinigungsmittel kontrolliert variierbarer Festigkeit auf Basis von Alkalihydroxyd. Zur Einstellung der gewünschten festen Konsistenz enthalten die

Reinigungsmittel Glykole, Glykolderivate und/oder bestimmte Alkanolamine und Alkalihydroxyd in fester Form.

[0002] Hochalkalische Reinigungsmittel sind heute in den verschiedensten Darbietungsformen im Handel erhältlich,

z. B. als Pulver, als Granulat, als Flüssigkeit, als Schmelzblock oder als durch Verpressen hergestellte Tablette. **[0003]** Jede Darbietungsform hat für einen definierten Verwendungszweck ganz spezifische Vorteile und Nachteile. Zum Reinigen von textilen Oberflächen oder zum manuellen mechanischen Reinigen von harten Oberflächen haben sich Pulver, Granulate oder Flüssigkeiten bewährt, während zum maschinellen Reinigen von harten Oberflächen, z. B. maschinellen Reinigen von Geschirr, neben Pulvern, Granulaten oder Flüssigkeiten zunehmend auch durch Verpressen hergestellte Tabletten oder durch Schmelzen und anschließendes Erkaltenlassen erhaltene blockförmige Reiniger (Schmelzblöcke) verwendet werden. Tabletten und Schmelzblöcke bieten gegenüber Pulvern den Vorteil einer zielgenauen und einfachen Dosierung, stauben nicht und sind leicht handhabbar.

[0004] Diese Vorteile lassen sich beispielsweise in Haushaltsgeschirrspülmaschinen nutzen, vor allem aber in kontinuierlich arbeitenden gewerblichen Geschirrspülmaschinen, in denen das zu reinigende Spülgut durch verschiedene Waschzonen gefahren wird.

[0005] Es hat sich nun gezeigt, daß sehr harte Tabletten und sehr harte Schmelzblöcke Nachteile aufweisen. So können z. B. an solchen Tabletten Bruchschäden auftreten; solchermaßen geschädigte Tabletten bieten naturgemäß nicht mehr den Vorteil einer genauen Dosierung. Ein weiteres Problem bei Tabletten besteht darin, daß die gewünschte Wasserlöslichkeit nicht immer gewährleistet werden kann, d. h. Tabletten lösen sich bisweilen entweder zu schnell oder zu langsam. Bei Schmelzblöcken ist zwar beim Transport eine hohe Bruchfestigkeit zu erwarten, bei größeren Gebinden tritt aber ein Problem bei der Dosierung dieser sehr festen Reinigungsmittels auf. Darüber hinaus erfordern sowohl Tabletten als auch Schmelzblöcke bisher sehr aufwendige Herstellverfahren, die gerade bei der Verarbeitung von alkalischen Schmelzen besonders hohe Anforderungen an die verwendeten Materialien und die gewählten Bedingungen stellen.

[0006] Besonders erwünscht ist auch eine hohe Homogenität der erhaltenen Reiniger, die aber bei festen Reinigern oft nur schwierig zu realisieren ist. Dieses Problem tritt bei flüssigen Reinigern, die leicht gerührt werden können weniger auf. Erwünscht wäre also die Homogenität einer Flüssigkeit, einer viskosen Flüssigkeiten oder einer rührbaren Paste, die dann zu einem Feststoff kontrollierbar variierbarer Festigkeit erstarrt, um in diesem Stadium deren Vorteile bei Lagerung und Transport und Dosierung zu nutzen. Dabei wäre es besonders wünschenswert, wenn die Rührbarkeit bei Temperaturen bis zu ca 40 °C erhalten bliebe, da dann auch weniger temperaturstabile Bestandteile zugemischt werden könnten

[0007] Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, ein Verfahren zur Herstellung hochalkalischer, auf Alkalihydroxid, bevorzugt Kalium- oder Natriumhydroxid, besonders bevorzugt Natriumhydroxid basierender Reinigungsmittel allgemeiner Art für textile Oberflächen, vorzugsweise aber solche zum Reinigen von harten Oberflächen, z. B. Geschirr, und insbesondere Reinigungsmittel zum gewerblichen Reinigen von Geschirr bereitzustellen, die die Vorteile von Pulvern und Flüssigkeiten einerseits und die Vorteile von Tabletten und Schmelzblöcken andererseits in sich vereinen. Das heißt, es sollen Reinigungsmittel hergestellt werden, die eine unter den verschiedensten Anwendungsbedingungen definierte Löslichkeit besitzen, andererseits aber transportstabil und lagerstabil sind und darüber hinaus schnell, einfach und genau zu dosieren sind, die nicht stauben und ohne großen technischen Aufwand herstellbar und einfach abfüllbar sind. Besonders die Rührbarkeit bei der Herstellung und die kontrolliert variierbare Festigkeit der Reinigungsmittel bei der Herstellung und Lagerung würde große Vorteile bieten und soll berücksichtigt werden. Dabei sollte ein Verfahren entwickelt werden, was es gestattet, weniger temperaturstabile Substanzen nötigenfalls auch unterhalb von 42 °C einzuarbeiten, ohne die anderen Aufgaben zu gefährden

[0008] Selbstverständlich müssen gleichzeitig auch die an Reinigungsmittel zu stellenden Erfordernisse wie gute Reinigungskraft, Fettlösekraft, etc. erfüllt sein.

[0009] Im Stand der Technik sind bereits sowohl höherviskose bis pastöse Reinigungsmittel beschrieben worden, als auch feste Reinigungsmittel in Tabletten- oder Blockform.

[0010] So wird z.B. in der deutschen Offenlegungsschrift DE-A-31 38 425 das rheologische Verhalten der dort beschriebenen Reiniger so beschrieben, daß sich eine gelartige Paste durch Einwirkung mechanischer Kräfte, beispielsweise durch Schütteln oder Druckeinwirkung auf eine verformbare Vorratsflasche bzw. Tube oder mittels einer Dosierpumpe verflüssigt und leicht aus einer Spritzdüse ausdrücken läßt.

[0011] Die US-Patentschrift US-A-3,607,764 beschreibt Glasreinigungsmittel in fester Form, die zu einer versprühbaren Lösung verdünnt werden. Diese Mittel enthalten u.a. Natrium- oder Kaliumhydroxid, Natrium- oder Kaliumtripolyphosphat, Natrium- oder Kaliumpyrophosphat, Hydroxycarbonsäure-Builders, ein wasserlösliches nichtionisches Tensid, Alkylenglykolether und gegebenenfalls Natriumcarbonat. Eine Kontrolle der Viskosität oder der Festigkeit im Sinne der vorliegenden Erfindung wird nicht beschrieben.

[0012] Die japanische Patentschrift JA-A-84/182870 beschreibt Lösungen von Alkalihydroxiden in Glycolen oder Alkoholen, die durch das Neutralisieren mit langkettigen Carbonsäuren viskos werden und durch Zugabe von Siliconöl eine pastöse Konsistenz erhalten, wodurch sie als Pasten in der Lederfettung verwendet werden können.

[0013] Die japanische Patentschrift JA-A-86/296098 beschreibt wasserfreie feste Reinigungsmittel basierend auf Alkalihydroxiden. Hierbei wird der Alkaliträger in Alkanolamine und wasserlösliche Glycolether gemischt, wodurch man einen festen Reiniger erhält. Eine technische Lehre zur variierbaren Verringerung der Festigkeit wird nicht beschrieben.

[0014] Die WO-A-95/07976 beschreibt ein Reinigungsmittel in Tablettenform, das insbesondere zur Verwendung in gewerblichen Geschirrspülmaschinen geeignet ist. In einer bevorzugten Ausführungsform enthält dieses Mittel die folgenden Komponenten: 40 bis 70 % Alkalimetallhydroxid, 20 bis 60 % Sequestriermittel, insbesondere ein Gemisch aus Na-Tripolyphosphat und Na-Tripolyphosphathexahydrat, 1 bis 4 % wasserlösliche Polyacrylsäure mit einem Molekulargewicht zwischen 2.000 und 20.000, 0,5 bis 5 % nichtionisches Tensid auf Basis von EO/PO-Blockcopolymeren, 1 bis 4 % Propylenglykol, 2,5 bis 10 % Hydratwasser und insgesamt 2 bis 6 % flüssige Komponenten. Als zusätzliche Komponenten kommen Soda, Silikate und aktivchlorhaltige Bleichmittel in Frage. Zur Herstellung werden zunächst die festen Bestandteile (Soda und Tripolyphosphate) miteinander gemischt und sodann mit dem Gemisch der flüssigen Komponenten (Polyacrylsäure gelöst in Wasser, nichtionisches Tensid und Propylenglykol) besprüht. Diesem Vorgehen werden Alkalimetallhydroxid und Bleichmittel zugefügt und sodann das erhaltene Gemisch tablettiert.

[0015] Demgegenüber betrifft die vorliegende Erfindung ein Verfahren zur Herstellung eines festen Reinigungsmittels mit einer kontrollierbar veränderlichen Festigkeit, welches einen Wassergehalt im Bereich von 10 bis 35 Gew.-% aufweist und Alkalimetallhydroxid sowie Glykol und/oder Alkanolamine enthält, dadurch gekennzeichnet, daß

- a) wäßrige Alkalimetallhydroxidlauge in einer Menge von 21 bis 70 Gew.-% und
- b) zum Aufbau einer erhöhten Viskosität eine Verbindung der Formel I



in der R^1 für ein Wasserstoffatom oder eine Methylgruppe steht und R^2 unabhängig davon ein Wasserstoffatom, eine C_1 bis C_4 -Alkylgruppe, eine Gruppe $\text{CH}_2\text{CH}(\text{R}^3)\text{OR}^4$ oder eine Gruppe $\text{CH}_2\text{CH}(\text{R}^5)\text{OCH}_2\text{CH}(\text{R}^6)\text{OR}^7$ bedeutet, worin R^3 , R^5 und R^6 für Wasserstoffatome oder Methylgruppen und R^4 und R^7 für Wasserstoffatome oder C_1 bis C_4 -Alkylgruppen stehen, und/oder eine Verbindung der Formel II,



in der R^8 für ein Wasserstoffatom oder eine Methylgruppe und x für eine der Zahlen 0, 1 oder 2 steht, in einer Gesamtmenge von 0,5 bis 40 Gew.-% vermischt werden und danach festes Alkalimetallhydroxid in einer Menge von bis zu 35 Gew.-% zugegeben wird, wobei alle Gew.-%-Angaben auf das gesamte Reinigungsmittel bezogen sind.

[0016] Im Sinne des erfindungsgemäßen Verfahrens ist es bevorzugt, daß als wäßrige Alkalimetallhydroxidlauge eine 42 bis 55 Gew.-%ige Kali- oder Natronlauge, vorzugsweise Natronlauge, eingesetzt wird. Dabei wird die wäßrige Alkalimetallhydroxidlauge vorzugsweise in einer Menge von 35 bis 55 Gew.-%, bezogen auf das Reinigungsmittel, eingesetzt.

[0017] Als Verbindungen der Formel I werden vorzugsweise Ethylenglykol, 1,2-Propylenglykol, Butylglykol oder Butyldiglykol und als Verbindungen der Formel II vorzugsweise Ethanolamin, Diethanolamin oder Triethanolamin eingesetzt. Hierbei ist es insbesondere bevorzugt, als Verbindung der Formel I 1,2-Propylenglykol und/oder als Verbindung der Formel II Diethanolamin einzusetzen. Die Verbindungen der Formeln I und/oder II werden vorzugsweise in einer Gesamtmenge von 1 bis 10 Gew.-%, bezogen auf das Reinigungsmittel, eingesetzt.

[0018] Im Sinne des erfindungsgemäßen Verfahrens ist es weiterhin bevorzugt, als festes Alkalimetallhydroxid Kalium- oder Natriumhydroxid, vorzugsweise Natriumhydroxid, einzusetzen. Das feste Alkalimetallhydroxid wird hierbei vorzugsweise in einer Menge von 2 bis 35 Gew.-%, bezogen auf das Reinigungsmittel, zugegeben.

[0019] Das erfindungsgemäß hergestellte feste Reinigungsmittel erzielt in einem Penetrationstest nach ISO 2137 bei 20 °C Werte bis 25 mm, vorzugsweise zwischen 0,1 und 25 mm.

[0020] Dabei beschreibt die ISO 2137, wie auch in den Beispielen erwähnt, Penetrationsmessungen mit geeichten Metallzylindern, deren Eindringtiefen gemessen werden. Dabei ist der Test dann noch durchführbar, wenn der dort verwendete schmalste Metallzylinder noch in die zu prüfende Substanz eindringen kann. Ohne die Erfindung darauf einzuschränken, sollen einige vergleichbare Konsistenzen beschrieben werden, die die variierbar veränderliche Fe-

stigkeit beschreiben.

[0021] Demnach können erfindungsgemäß hergestellte Reinigungsmittel bei 20°C - 40°C nicht aus einem Behälter, z. B. einem umgedrehten offenen Glas, ausfließen. Die erfindungsgemäße Konsistenz kann sich aber zum Beispiel auch in Form von Schnittfestigkeit äußern. Viele der erfindungsgemäß hergestellten Reinigungsmittel sind während

der Verarbeitung und der Lagerung noch formgebend verpreßbar.

[0022] Entscheidend für das Erreichen der gewünschten Konsistenz ist die erfindungsgemäße Abstimmung aller

Inhaltstoffe und Merkmale aufeinander.

[0023] So hat es sich beispielsweise gezeigt, daß die in US-A-3,607,764 beschriebenen festen Mischungen nicht einfach durch sukzessives Verdünnen mit Wasser in das erfindungsgemäße feste Reinigungsmittel mit den gewünschten kontrollierbaren rheologischen Eigenschaften überführt werden können.

[0024] Auch wurde gefunden, daß ein Einbringen von NaOH (flüssig) in Alkohole oder Glycole unter Zusatz von weiterem festen NaOH keine homogenen Mittel ergibt.

[0025] Umgekehrt sind aber bei erfindungsgemäßer Wahl der Stoffzusammensetzung überraschenderweise auch keine weiteren Zusatzstoffe außer dem Verdickungsmittel und z. B. festem Alkalihydroxid, bevorzugt Kalium- oder Natriumhydroxid, besonders bevorzugt Natriumhydroxid nötig, um den gewünschten verfestigenden Effekt in wäßriger Natronlauge zu erzielen. Darüberhinaus ist zu betonen, daß auch die Zugabe der Stoffe der Formel I oder Formel II zusammen mit Alkalilauge, bevorzugt Kali- und Natronlauge, besonders bevorzugt Natronlauge alleine für die gewünschte kontrollierbare Festigkeit genügen.

[0026] Schließlich ist auch der Wassergehalt ein kritischer Parameter; er liegt zwischen 10 und 35 Gew.-%, vorteilhafterweise zwischen 20 und 30 Gew.-%.

[0027] Aufgrund des hohen NaOH-Gehaltes liegt der pH-Wert der erfindungsgemäßen Reinigungsmittel über 13.

[0028] Die erfindungsgemäß hergestellten Reinigungsmittel können aber darüberhinaus noch in Kombination mit anderen Mitteln verwendet werden, ohne daß die erfindungsgemäße variierbare Festigkeit verloren geht. In diesem Sinne wirkt das Reinigungsmittel aus Alkalilauge, bevorzugt Kali- und Natronlauge, besonders bevorzugt Natronlauge, Substanz I und/oder II und festem Alkalihydroxid, bevorzugt Natriumhydroxid als Trägerphase für andere in Reinigern übliche Inhaltstoffe.

[0029] Fakultativ können die Reinigungsmittel somit zusätzlich eine Buildersubstanz in einer Menge von bis zu 50 Gew.-%, vorzugsweise 15 bis 40 Gew.-%, enthalten.

[0030] Die in den erfindungsgemäß hergestellten Reinigungsmitteln enthaltene Buildersubstanz kann im Prinzip jeder Stoff sein, der im Stand der Technik als im weitesten Sinne für Wasch- und Reinigungsmittel geeigneter Builder bekannt ist, vorzugsweise werden wasserlösliche Buildersubstanzen eingesetzt.

[0031] Als Buildersubstanzen kommen z. B. Alkaliphosphate, die in Form ihrer Natriumoder Kaliumsalze vorliegen können, in Frage. Beispiele hierfür sind: Tetranatriumdiphosphat, Pentanatriumtriphosphat, sogenanntes Natriumhexametaphosphat sowie die entsprechenden Kaliumsalze bzw. Gemische aus Natriumhexametaphosphat sowie die entsprechenden Kaliumsalze bzw. Gemische aus Natrium- und Kaliumsalzen.

[0032] Weiterhin sind Komplexbildner zu nennen, wie z. B. Nitritotriacetat oder Ethylendiamintetraacetat. Auch Soda und Borax zählen im Rahmen der vorliegenden Erfindung zu den Buildersubstanzen.

[0033] Weitere mögliche wasserlösliche Builderkomponenten sind z. B. organische Polymere nativen oder synthetischen Ursprungs, vor allem Polycarboxylate. In Betracht kommen beispielsweise Polyacrylsäuren und Copolymere aus Maleinsäureanhydrid und Acrylsäure sowie die Natriumsalze dieser Polymersäuren. Handelsübliche Produkte sind z. B. Sokalan® CP 5 und PA 30 von BASF, Alcosperse® 175 und 177 von Alco, LMW® 45 N und SPO2 ND von Norsohaas. Zu den geeigneten nativen Polymeren gehören beispielsweise oxidierte Stärke (z. B. DE 42 28 786) und Polyaminosäuren wie Polyglutaminsäure oder Polyasparaginsäure, z. B. der Firmen Cygnus, Bayer, Rohm & Haas, Rhône-Poulenc oder SRCHEM.

[0034] Weitere mögliche Builderkomponenten sind natürlich vorkommende Hydroxycarbonsäuren wie z. B. Mono-, Dihydroxy-bemsteinsäure, α -Hydroxypropionsäure, Citronensäure, Gluconsäure, sowie deren Salze. Citrate werden vorzugsweise in Form von Trinatriumcitrat-Dihydrat eingesetzt.

[0035] Als Buildersubstanzen sind weiterhin amorphe Metasilikate oder Schichtsilikate zu nennen. Auch kristalline Schichtsilikate sind geeignete Builder, soweit sie hinreichend alkalistabil sind; kristalline Schichtsilikate werden von der Fa. Hoechst AG (Deutschland) unter dem Handelsnamen Na-SKS vertrieben, z. B. Na-SKS-1 ($\text{Na}_2\text{Si}_{22}\text{O}_{45} \cdot x\text{H}_2\text{O}$, Kenyait), Na-SKS-2 ($\text{Na}_2\text{Si}_{14}\text{O}_{29} \cdot x\text{H}_2\text{O}$, Magadiit), Na-SKS-3 ($\text{Na}_2\text{Si}_8\text{O}_{17} \cdot x\text{H}_2\text{O}$), Na-SKS-4 ($\text{Na}_2\text{Si}_4\text{O}_9 \cdot x\text{H}_2\text{O}$), Makatit), Na-SKS-5 ($\mu\text{-Na}_2\text{Si}_2\text{O}_5$), Na-SKS-7 ($\beta\text{-Na}_2\text{Si}_2\text{O}_5$, Natrosilit), Na-SKS-11 ($\tau\text{-Na}_2\text{Si}_2\text{O}_5$) und Na-SKS-6 ($\delta\text{-Na}_2\text{Si}_2\text{O}_5$).

[0036] Besonders bevorzugte Buildersubstanzen sind die ausgewählt aus der Gruppe Pentanatriumtriphosphat, Trinatriumcitrat, Nitritotriacetat, Ethylendiamintetraacetat, Soda, Alkalimetasilikat bzw. deren Mischungen.

[0037] Auch in Reinigungsmitteln übliche Bleichmittel können in den erfindungsgemäß hergestellten Mitteln enthalten sein. Diese können aus der Gruppe der Bleichmittel auf Sauerstoffbasis, wie z. B. Natriumperborat auch in Form seiner Hydrate, oder Natriumpercarbonat, oder aus der Gruppe der Bleichmittel auf Chlorbasis, wie N-Chlor-p-toluolsulfonsäureamid, Trichlorisocyanursäure, Alkalidichlorisocyanurat, Alkalihypochlorite, und Alkalihypochlorite freiset-

zende Mittel, wobei besonders alkalistabile Bleichmittelzusammensetzungen bevorzugt sind. Dies können sowohl alkalistabile Substanzen sein, oder durch geeignete Verfahren wie beispielsweise durch Oberflächenbeschichtung oder -passivierung stabilisierte Komponenten sein.

[0038] Auch können schwach schäumende Tenside, vor allem nichtionische Tenside, in einer Menge von bis zu 10 Gew.-%, bevorzugt bis zu 5 Gew.-% enthalten sein. Üblicherweise werden extrem schaumarme Verbindungen eingesetzt. Hierzu zählen vorzugsweise C_{12} - C_{18} -Alkylpolyethylenglykopolypropylenglykolether mit jeweils bis zu 8 Mol Ethylenoxid- und Propylenoxideinheiten im Molekül. Man kann aber auch andere als schaumarm bekannte nichtionische Tenside verwenden, wie z. B. C_{12} - C_{18} -Alkylpolyethylenglykol-polybutylenglykolether mit jeweils bis zu 8 Mol Ethylenoxid- und Butylenoxideinheiten im Molekül sowie endgruppenverschlossene Alkylpolyalkylenglykolsmischether. Dabei ist besonders zu betonen, daß die erfindungsgemäß hergestellten Reinigungsmittel die Aufgabe auch ohne den Zusatz dieser Inhaltsstoffe lösen. Sie unterstützen aber die Reinigung.

[0039] Weitere mögliche Inhaltsstoffe in den erfindungsgemäß hergestellten Reinigern sind Entschäumer. Diese können zum Einsatz kommen, wenn ein gewähltes Tensid unter den gegebenen Umständen zu stark schäumt, bzw. wirtenschaumdämpfend auf schäumende Speisereste in der Geschirrspülmaschine. Auch Konfektionierungsmittel wie Paraffinöl können enthalten sein, obwohl die erfindungsgemäßen Eigenschaften auch ohne deren Zusatz erhalten bleiben.

[0040] Fakultativ enthaltene Inhaltsstoffe sind weitere übliche Reinigungsmittelbestandteile, wie z. B. Farbstoffe oder alkalistabile Parfumsstoffe.

[0041] Abrasiv wirkende Inhaltsstoffe können zwar prinzipiell enthalten sein, vorzugsweise sind die erfindungsgemäß hergestellten Reinigungsmittel jedoch frei davon.

[0042] Obwohl zusätzlich Verdickungsmittel wie z. B. quellfähige Schichtsilikate vom Montmorillonit-Typ, Bentonit, Kaolin, Talk oder Carboxymethylcellulose fakultativ eingesetzt werden können, um die Festigkeit zu variieren, sind sie zur Erreichung der gewünschten kontrollierbaren Feststoffeigenschaften und der Konsistenz der erfindungsgemäß hergestellten Reinigungsmittel nicht erforderlich, d. h. auf solche Verdickungsmittel kann verzichtet werden.

[0043] Ein weiterer Erfindungsgegenstand ergibt sich aus der verfestigenden Wirkung der Verbindungen der Formeln I und II in Kombination mit festen Alkalihydroxid, bevorzugt Kalium- oder Natriumhydroxid, besonders bevorzugt Natriumhydroxid gegenüber Alkalilauge, bevorzugt Kali- und Natronlauge, besonders bevorzugt Natronlauge.

[0044] So wird ein Verfahren zum Verdicken von wäßriger 42 bis 55 Gew.-%iger Alkalilauge, bevorzugt Kali- und Natronlauge, besonders bevorzugt Natronlauge beansprucht. Das Verfahren ist dadurch gekennzeichnet, daß man einer solchen NaOH-Lösung unter Rühren eine Verbindung der Formel I und/oder eine Verbindung der Formel II zugibt und so eine pastenförmige Zubereitung erhält, der im Anschluß ein Feststoff zugegeben wird, der ausgewählt ist aus der Gruppe der Alkalihydroxide, bevorzugt Kalium- oder Natriumhydroxid, besonders bevorzugt 0,1 bis 35 Gew.-% Natriumhydroxid oder einem Gemisch dieser Substanzen, und der zugegeben wird, um eine kontrolliert variierbare Festigkeit zu erreichen. Im allgemeinen wird das Verfahren bei 20°C bis 50°C bevorzugt bei 30 bis 48°C besonders bevorzugt bei 38 - 42°C durchgeführt.

[0045] Da bei höheren Temperaturen die Löslichkeit von NaOH in Wasser steigt, kann dann der Gehalt an NaOH in der wäßrigen Lösung auch mehr als 55 Gew.-% betragen. Entsprechend kann bei niedrigeren Temperaturen der NaOH-Gehalt auch unter 42 Gew.-% liegen. Die Einschränkung auf 42 bis 55 Gew.-%ige NaOH-Lösungen beschränkt sich daher im wesentlichen auf Temperaturen von 20°C bis 25°C.

[0046] Ein besonderer Vorteil der Erfindung liegt darin, daß die Rührbarkeit und die damit verbundenen Vorteile bereits bei Raumtemperatur gegeben ist. In manchen Fällen, z.B. bei stark erhöhter Viskosität der verdickten Alkalilauge, bevorzugt Kali- und Natronlauge, besonders bevorzugt Natronlauge, kann es vor Zugabe der festen Inhaltsstoffe günstig sein, zur Verringerung der Viskosität geringfügig mit der Temperatur nach oben zu gehen. Die erfindungsgemäße Konsistenz kann aber in fast allen Fällen unterhalb 42 °C, bevorzugt zwischen 38 °C und 42 °C realisiert werden, so daß auch weniger temperaturstabile Bestandteile, wie zum Beispiel chlorhaltige Bleichmittel in die erfindungsgemäß hergestellten Reinigungsmittel eingearbeitet werden können.

[0047] In einer bevorzugten Ausführungsform wird nach Beendigung der Zugabe der Verbindungen der Formel I und/oder II noch mindestens 3 Minuten lang nachgerührt, bevor man das Natriumhydroxyd in fester Form zusetzt.

[0048] Soll die verdickte Zubereitung Buildersubstanzen enthalten, so können diese auch von vornherein in der zu verdickenden Alkalilauge, bevorzugt Kali- und Natronlauge, besonders bevorzugt Natronlauge, enthalten sein. Vorzugsweise jedoch werden die Buildersubstanzen der bereits angedickten, bei erhöhten Temperaturen pastenförmigen Zubereitung aus Alkalilauge, bevorzugt Kali- und Natronlauge, besonders bevorzugt Natronlauge, Formel I und/oder Formel II, und festem NaOH zugemischt. Auch weitere, fakultativ enthaltene Inhaltsstoffe werden vorzugsweise der bereits angedickten, bei erhöhten Temperaturen pastenförmigen Zubereitung aus Alkalilauge, bevorzugt Kali- und Natronlauge, besonders bevorzugt Natronlauge, Formel I und/oder Formel II, und festem NaOH zugemischt.

[0049] Die erfindungsgemäß hergestellten Reinigungsmittel können zum Reinigen von Oberflächen Verwendung finden, vorzugsweise zum gewerblichen oder privaten maschinellen Spülen von Geschirr.

[0050] Die Anwendung der erfindungsgemäß hergestellten festen Reinigungsmittel kann z. B. in der Weise erfolgen,

daß das in einem Gebinde (Fassungsvermögen z. B. 0,5 bis 10 kg) befindliche Reinigungsmittel kontrollierbarer Festigkeit mit Wasser angesprüht wird und das so gelöste Reinigungsmittel zur Anwendung kommt, z. B. in eine Geschirrspülmaschine eindosiert wird. Hier bietet sich beispielsweise ein von der Henkel Hygiene GmbH unter der Bezeichnung Topmater® P40 vertriebenes Dosiergerät oder ein von Henkel Ecolab vertriebenes Feststoffdosiergerät V/VT-2000 an.

[0051] Die Herstellung des Reinigungsmittels kann beispielsweise in einem Rührkessel bei 20 bis 50°C, bevorzugt bei 30 bis 48°C, besonders bevorzugt bei 38 - 42°C erfolgen. Anschließend kann das Reinigungsmittel bei ca. 40°C in das Verkaufsgebinde abgefüllt werden und über einen Kühltunnel auf ca 20 °C zur Erreichung der erfindungsgemäßen Konsistenz abgekühlt werden.

[0052] Aber auch andere Methoden der Abfüllung und Rückführung auf Raumtemperatur sind denkbar.

[0053] Die erfindungsgemäß hergestellten Reinigungsmittel härten teilweise mit der Zeit nach, was durch zeitabhängige Messungen ermittelt wurde und von der jeweiligen Zusammensetzung der Mischungen stark beeinflusst wird. Dadurch kommt es zum Teil zu Gemischen, bei denen nach längerer Zeit von mehreren Tagen und Wochen im Penetrometertest nach ISO 2137 kein Eindringen des Konus mehr beobachtet werden kann. Daher beziehen sich die Angaben der Eindringtiefe auf die Zeit direkt nach oder weniger Stunden und Tage nach der Herstellung.

Beispiele

[0054] Es wurden Reinigungsmittel (jeweils 1 kg) der folgenden Zusammensetzungen 1 bis 8 hergestellt. 50 %ige wäßrige Alkalilauge wurden in einem 2l-Becherglas vorgelegt. Unter Rühren mit einem Propellerührer (100 U/m) wurde bei 40°C 1,2-Propylenglykol zugegeben und nach beendeter Zugabe 5 Minuten lang nachgerührt, danach wurde als festes Alkalihydroxyd Natriumhydroxyd zugegeben. Gegebenenfalls wurden anschließend weitere Festsubstanzen (Builder) unter Rühren zugemischt; nach beendeter Zugabe wurde 5 Minuten lang nachgerührt. Die Penetrationsmessungen gemäß ISO 2137 erfolgte mit einem Standardkonus bei Raumtemperatur (22 °C), ungefähr 5 Stunden, 24 Stunden und 48 Stunden nach Herstellung der Reinigungsmittel. Die angegebenen Werte sind Mittelwerte aus 3 Messungen. Da in den pastenförmigen Reinigungsmitteln ungelöste Bestandteile unterschiedlicher Korngrößen vorliegen können, sind Schwankungen der Meßwerte von ca. ± 20 % möglich.

[0055] Die Mengenangaben der folgenden Tabelle beziehen sich auf Mischungen in Gramm, um die bessere Vergleichbarkeit zu gewährleisten, wenn der Einfluß der verschiedenen Bestandteile, bzw. Verfahrensschritte betrachtet wird.

	B1	B2	B3	B4	B5	B6	B7	B8
	Natronlauge					Kalilauge		
MeOH (50% aq)	57,5	53	53	53	53	39,5	39,5	39,5
1,2 Propylenglycol	6	5,5	5,5	5,5	5,5	4	-	-
Paraffin SIK	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5
NaOH (fest)	10	15	15	-	15	30	30	30
Nitilotriessigsäure 92% ig	25	25	-	25	25	25	25	-
Eindringtiefe (mm) 5 Stunden	5,5	2,7	8,3	26,8	2,9	0	0	0
Eindringtiefe (mm) 24 Stunden	4,5	2,0	7,0	19,7	2,4	0	0	0
Eindringtiefe (mm) 48 Stunden	3,2	1,8	7,2	17,8	2,9	0	0	0

[0056] Alle Mischungen sind homogen rührbar und in Behälter abfüllbar. Der Durchhärteprozeß ist aber unterschiedlich schnell.

[0057] Die verschiedenen Bestandteile wirken unterschiedlich auf die Festigkeit und die Variierbarkeit ein. Dies soll im folgenden kurz erklärt werden.

[0058] Der Vergleich von Beispiel B1 und B2 zeigt den Einfluß der Menge des festen Alkalihydroxyds auf die Variation der Festigkeit bei einer Mischung wie sie aus anwendungstechnischer Sicht sinnvoll ist. Eine Erhöhung des Anteils des festen Alkalihydroxyds führt zu einer Erhöhung der Festigkeit (= geringere Eindringtiefe beim Penetrometertest).

[0059] Beispiel B3 zeigt verglichen mit B2 den Einfluß der optional zuzusetzenden Buildersubstanz. Zusatz dieser Substanzen führt hier zur Erhöhung der Festigkeit, aber auch ohne Builder ist die erfindungsgemäße Konsistenz zu realisieren.

[0060] In Beispiel B4 wird verglichen mit Beispiel B2 der Einfluß des festen Alkalihydroxydes genauer beleuchtet:

Zusatz von festem Natriumhydroxyd führt zur einer gewünschten Verfestigung.

[0061] In Versuch B5 wurde die Mischung mit verglichen mit B2 veränderter Reihenfolge bei der Zugabe von Nitrilotriessigsäure und festem NaOH hergestellt. Die erfindungsgemäßen Eigenschaften sind immer noch feststellbar

[0062] In den Versuchen B6 und B7 und B8 wurde wässrige KOH anstelle von wässriger NaOH genutzt.

[0063] In diesen Beispielen ergibt sich durch den sehr hohen Anteil an festem NaOH nur sehr kurz eine Rührbarkeit. Der Durchhärteprozeß geht so schnell vonstatten, daß nach 5 h bereits kein Eindringen im Penetrationstest erfolgt. Die erfindungsgemäßen Eigenschaften können aber beobachtet werden, wenn man in kürzeren Zeitabständen nach der Mischung mißt.

[0064] Die Herstellung nicht erfindungsgemäß gewonnener Reinigungsmittel ohne Zusatz einer Verbindung der Formel I bzw. Formel II erfolgte wie oben für die erfindungsgemäß hergestellten Reinigungsmittel beschrieben, jedoch ohne Zusatz einer Verbindung der Formel I bzw. Formel II, bzw. ohne den Zusatz von festem NaOH.

	V1	V2	V3	V4	V5	V6
Natronlauge	20	25	30	35	90	80
Propylenglycol	-	-	-	-	10	20
Paraffin SIK	-	-	-	-	-	-
Soda calc.	30	20	20	10	-	-
NaOH (fest)	-	-	-	-	-	-
Wasser	20	25	30	35	-	-
Nitrilotriessigsäure 92% ig	30	30	20	20	-	-
Eindringtiefe (mm) gem ISO 2137	-	-	-	-	19,5	4

V1 ergibt kein homogenes Reinigungsmittel, sondern ein feuchtes, klumpiges Pulver.

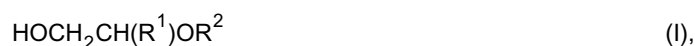
V2, V3 und V4 unterliegen schon nach 1 Tag Lagerung bei 25°C einer Phasentrennung, d. h. Abscheidung der wässrigen Phase.

V5 und V6 zeigen besonders den großen Vorteil des Zusatzes von festem Alkalihydroxid, da nur unter Einsatz großer Mengen Glycole eine erfindungsgemäße Konsistenz erhalten werden kann, und Variierbarkeit beim Verfestigen zumindest stark eingeschränkt wird.

Patentansprüche

- Verfahren zur Herstellung eines festen Reinigungsmittels mit einer kontrollierbar veränderlichen Festigkeit, welches einen Wassergehalt im Bereich von 10 bis 35 Gew.-% aufweist und Alkalimetallhydroxid sowie Glykol und/oder Alkanolamine enthält, **dadurch gekennzeichnet, daß**

- wässrige Alkalimetallhydroxidlauge in einer Menge von 21 bis 70 Gew.-% und
- zum Aufbau einer erhöhten Viskosität eine Verbindung der Formel I



in der R^1 für ein Wasserstoffatom oder eine Methylgruppe steht und R^2 unabhängig davon ein Wasserstoffatom, eine C_1 bis C_4 -Alkylgruppe, eine Gruppe $\text{CH}_2\text{CH}(\text{R}^3)\text{OR}^4$ oder eine Gruppe $\text{CH}_2\text{CH}(\text{R}^5)\text{OCH}_2\text{CH}(\text{R}^6)\text{OR}^7$ bedeutet, worin R^3 , R^5 und R^6 für Wasserstoffatome oder Methylgruppen und R^4 und R^7 für Wasserstoffatome oder C_1 bis C_4 -Alkylgruppen stehen, und/oder eine Verbindung der Formel II,



in der R^8 für ein Wasserstoffatom oder eine Methylgruppe und x für eine der Zahlen 0,1 oder 2 steht, in einer Gesamtmenge von 0,5 bis 40 Gew.-% vermischt werden und danach festes Alkalimetallhydroxid in

einer Menge von bis zu 35 Gew.-% zugegeben wird, wobei alle Gew.-%-Angaben auf das gesamte Reinigungsmittel bezogen sind.

2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, daß** als wäßrige Alkalimetallhydroxidlauge eine 42 bis 55 Gew.-%ige Kali- oder Natronlauge, vorzugsweise Natronlauge, eingesetzt wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet, daß** die wäßrige Alkalimetallhydroxidlauge in einer Menge von 35 bis 55 Gew.-%, bezogen auf das Reinigungsmittel, eingesetzt wird.
4. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet, daß** als Verbindung der Formel I Ethylenglykol, 1,2-Propylenglykol, Butylglykol oder Butyldiglykol und/oder als Verbindung der Formel II Ethanolamin, Diethanolamin oder Triethanolamin eingesetzt wird.
5. Verfahren nach Anspruch 4, **dadurch gekennzeichnet, daß** als Verbindung der Formel I 1,2-Propylenglykol und/oder als Verbindung der Formel II Diethanolamin eingesetzt wird.
6. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Verbindungen der Formeln I und/oder II in einer Gesamtmenge von 1 bis 10 Gew.-%, bezogen auf das Reinigungsmittel, eingesetzt werden.
7. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 6, **dadurch gekennzeichnet, daß** als festes Alkalimetallhydroxid Kalium- oder Natriumhydroxid, vorzugsweise Natriumhydroxid, eingesetzt wird.
8. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 7, **dadurch gekennzeichnet, daß** das feste Alkalimetallhydroxid in einer Menge von 2 bis 25 Gew.-%, bezogen auf das Reinigungsmittel, zugegeben wird.
9. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 8, **dadurch gekennzeichnet, daß** zusätzlich eine Buildersubstanz in einer Menge von bis zu 50 Gew.-%, vorzugsweise 15 bis 40 Gew.-%, bezogen auf das gesamte Mittel, zugegeben wird.
10. Verfahren nach Anspruch 9, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Buildersubstanz ausgewählt ist aus der Gruppe Pentanatriumtriphosphat, Trinatriumcitrat, Nitriloacetat, Ethylendiamintetraacetat, Soda, Alkalimetasilikat oder deren Mischungen.
11. Verfahren nach Anspruch 9 oder 10, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Buildersubstanz von vornherein der wäßrigen Alkalimetallhydroxidlauge zugegeben wird.
12. Verfahren nach Anspruch 9 oder 10, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Buildersubstanz erst nach Vermischen der wäßrigen Alkalimetallhydroxidlauge mit Verbindungen der Formeln I und/oder II sowie nachfolgender Zugabe von festem Alkalimetallhydroxid zugefügt wird.
13. Verfahren zum Verfestigen einer wäßrigen, 42 bis 55 Gew.-%igen Alkalimetallhydroxid-Lösung, **dadurch gekennzeichnet, daß** unter Rühren der wäßrigen Alkalimetallhydroxid-Lösung Verbindungen der Formeln I und/oder II gemäß Anspruch 1 sowie festes Alkalimetallhydroxid zugegeben werden.
14. Verfahren nach Anspruch 13, **dadurch gekennzeichnet, daß** unter Rühren einer wäßrigen Natriumhydroxid-Lösung Verbindung der Formeln I und/oder II gemäß Anspruch 1 sowie 0,1 bis 35 Gew.-% Natriumhydroxid als Feststoff zugegeben werden.
15. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 14, **dadurch gekennzeichnet, daß** nach Beendigung der Zugabe von Verbindungen der Formeln I und/oder II noch mindestens 3 Minuten nachgerührt wird, bevor Natriumhydroxid in fester Form zugesetzt wird.

Claims

1. A process for the production of a solid detergent of controllably variable strength which has a water content of 10 to 35% by weight and contains alkali metal hydroxide and glycol and/or alkanolamines, **characterized in that**

- a) aqueous alkali metal hydroxide solution in a quantity of 21 to 70% by weight and
 b) - to build up a high viscosity - a compound corresponding to formula I:



in which R^1 is a hydrogen atom or a methyl group and R^2 independently of R^1 is a hydrogen atom, a C_{1-4} alkyl group, a group $\text{CH}_2\text{CH}(\text{R}^3)\text{OR}^4$ or a group $\text{CH}_2\text{CH}(\text{R}^5)\text{OCH}_2\text{CH}(\text{R}^6)\text{OR}^7$, where R^3 , R^5 and R^6 are hydrogen atoms or methyl groups and R^4 and R^7 are hydrogen atoms or C_{1-4} alkyl groups, and/or a compound corresponding to formula II:



in which R^8 is a hydrogen atom or a methyl group and x is the number 0, 1 or 2, in a total quantity of 0.5 to 40% by weight are mixed and solid alkali metal hydroxide is subsequently added in a quantity of up to 35% by weight, all percentages by weight being based on the detergent as a whole.

2. A process as claimed in claim 1, **characterized in that** a 42 to 55% by weight potash or soda lye, preferably soda lye, is used as the aqueous alkali metal hydroxide solution.
3. A process as claimed in claim 1 or 2, **characterized in that** the aqueous alkali metal hydroxide solution is used in a quantity of 35 to 55% by weight, based on the detergent.
4. A process as claimed in one or more of claims 1 to 3, **characterized in that** ethylene glycol, 1,2-propylene glycol, butyl glycol or butyl diglycol is used as the compound corresponding to formula I and/or ethanolamine, diethanolamine and triethanolamine is used as the compound corresponding to formula II.
5. A process as claimed in claim 4, **characterized in that** 1,2-propylene glycol is used as the compound corresponding to formula I and/or diethanolamine is used as the compound corresponding to formula II.
6. A process as claimed in one or more of claims 1 to 5, **characterized in that** the compounds corresponding to formulae I and/or II are used in a total quantity of 1 to 10% by weight, based on the detergent.
7. A process as claimed in one or more of claims 1 to 6, **characterized in that** potassium or sodium hydroxide, preferably sodium hydroxide, is used as the solid alkali metal hydroxide.
8. A process as claimed in one or more of claims 1 to 7, **characterized in that** the solid alkali metal hydroxide is used in a quantity of 2 to 25% by weight, based on the detergent.
9. A process as claimed in one or more of claims 1 to 8, **characterized in that** a builder is additionally introduced in a quantity of up to 50% by weight and preferably in a quantity of 15 to 40% by weight, based on the detergent as a whole.
10. A process as claimed in claim 9, **characterized in that** the builder is selected from the group consisting of pentasodium triphosphate, trisodium citrate, nitrilotriacetate, ethylenediamine tetraacetate, soda, alkali metal metasilicate and mixtures thereof.
11. A process as claimed in claim 9 or 10, **characterized in that** the builder is added to the aqueous alkali metal hydroxide solution at the outset.
12. A process as claimed in claim 9 or 10, **characterized in that** the builder is added after mixing of the aqueous alkali metal hydroxide solution with compounds corresponding to formula(e) I and/or II and subsequent addition of solid alkali metal hydroxide.
13. A process for solidifying aqueous 42 to 55% by weight alkali metal hydroxide solution, **characterized in that**

compounds corresponding to formula(e) I and/or II as claimed in claim 1 and solid alkali metal hydroxide are added with stirring to the aqueous alkali metal hydroxide solution.

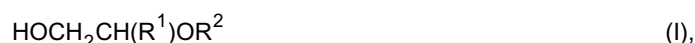
14. A process as claimed in claim 13, **characterized in that** compounds corresponding formula(e) I and/or II as claimed in claim 1 and 0.1 to 35% by weight of sodium hydroxide in solid form are added with stirring to an aqueous sodium hydroxide solution.

15. A process as claimed in one or more of claims 1 to 14, **characterized in that** the solution is stirred for at least 3 minutes after addition of the compounds corresponding to formula(e) I and/or formula II and solid sodium hydroxide is then added.

Revendications

1. Procédé de fabrication d'un produit nettoyant solide ayant une solidité modifiée de façon contrôlable, qui présente une teneur en eau allant de 10 à 35 % en poids et un hydroxyde de métal alcalin ainsi qu'un glycol et/ou des alcanolamines, **caractérisé en ce qu'** on mélange

- a) une lessive d'hydroxyde de métal alcalin aqueuse en une quantité de 21 à 70 % en poids et
- b) pour obtenir une viscosité plus élevée, un composé de formule I



dans laquelle R^1 représente un atome d'hydrogène et un groupe méthyle et R^2 représente indépendamment un atome d'hydrogène, un groupe alkyle en C_1 à C_4 , un groupe $\text{CH}_2\text{CH}(\text{R}^3)\text{OR}^4$ ou un groupe $\text{CH}_2\text{CH}(\text{R}^5)\text{OCH}_2\text{CH}(\text{R}^6)\text{OR}^7$, où R^3 , R^5 et R^6 représentent des atomes d'hydrogène ou des groupes méthyle et R^4 et R^7 représentent des atomes d'hydrogène ou des groupes alkyle en C_1 à C_4 et/ou un composé de formule II,



dans laquelle R^8 représente un atome d'hydrogène et un groupe méthyle et x représente l'un des nombres 0, 1 ou 2, en une quantité totale de 0,5 à 40 % en poids, puis on ajoute un hydroxyde de métal alcalin solide en une quantité allant jusqu'à 35 % en poids, toutes les indications de pourcentage pondéral se rapportant à l'ensemble du produit nettoyant.

2. Procédé selon la revendication 1, **caractérisé en ce qu'** on utilise comme lessive aqueuse d'hydroxyde de métal alcalin une lessive de potasse ou une lessive de soude à 42 à 55 % en poids, de préférence une lessive de soude.

3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, **caractérisé en ce qu'** on utilise la lessive aqueuse d'hydroxyde de métal alcalin en une quantité de 35 à 55 % en poids par rapport au produit nettoyant.

4. Procédé selon une ou plusieurs des revendications 1 à 3, **caractérisé en ce qu'** on utilise comme composé de formule I l'éthylène glycol, le 1,2-propylène glycol, le butyl glycol ou le butyl diglycol, et/ou comme composé de formule II l'éthanolamine, la diéthanoline ou la triéthanoline.

5. Procédé selon la revendication 4. **caractérisé en ce qu'**

on utilise comme composé de formule I le 1,2-propylène glycol et/ou comme composé de formule II la diéthanol amine.

6. Procédé selon l'une ou plusieurs des revendications 1 à 5,

caractérisé en ce qu'

on utilise les composés de formule I et/ou II en une quantité totale de 1 à 10 % en poids par rapport au produit nettoyant.

7. Procédé selon une ou plusieurs des revendications 1 à 6,

caractérisé en ce qu'

on utilise comme hydroxyde de métal alcalin solide l'hydroxyde de potassium ou l'hydroxyde de sodium, de préférence l'hydroxyde de sodium.

8. Procédé selon une ou plusieurs des revendications 1 à 7,

caractérisé en ce qu'

on ajoute l'hydroxyde de métal alcalin solide en une quantité de 2 à 25 % en poids par rapport au produit nettoyant.

9. Procédé selon une ou plusieurs des revendications 1 à 8,

caractérisé en ce qu'

on ajoute en outre une substance adjuvante en une quantité allant jusqu'à 50 % en poids, de préférence de 15 à 40 % en poids, par rapport à l'ensemble de l'agent.

10. Procédé selon la revendication 9,

caractérisé en ce que

la substance adjuvante est choisie dans le groupe constitué par le triphosphate pentasodique, le citrate trisodique, le nitriloacétate, le tétraacétate éthylène diamine, le carbonate de sodium, un métasilicate de métal alcalin ou leurs mélanges.

11. Procédé selon la revendication 9 ou 10,

caractérisé en ce que

la substance adjuvante est ajoutée au préalable à la lessive aqueuse d'hydroxyde de métal alcalin.

12. Procédé selon la revendication 9 ou 10,

caractérisé en ce que

la substance adjuvante n'est ajoutée qu'après mélange de la lessive aqueuse d'hydroxyde de métal alcalin avec des composés de formule I et/ou II ainsi qu'avec une addition ultérieure d'hydroxyde de métal alcalin solide.

13. Procédé de solidification d'une solution aqueuse à 42 à 55 % en poids d'hydroxyde de métal alcalin,

caractérisé en ce que

tout en agitant on ajoute à la solution aqueuse d'hydroxyde de métal alcalin des composés de formule I et/ou II selon la revendication 1 ainsi qu'un hydroxyde de métal alcalin solide.

14. Procédé selon la revendication 13,

caractérisé en ce que,

tout en agitant, on ajoute à une solution aqueuse d'hydroxyde de sodium un composé de formule I et/ou II selon la revendication 1 ainsi que de 0,1 à 35 % en poids d'hydroxyde de sodium sous forme solide.

15. Procédé selon une ou plusieurs des revendications 1 à 14.

caractérisé en ce qu'

après la fin de l'addition des composés de formule I et/ou II on agite encore pendant au moins 3 minutes avant d'ajouter l'hydroxyde de sodium sous forme solide.