



(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

- (43)

Veröffentlichungstag:
11.12.2024 Patentblatt 2024/50
- (21)

Anmeldenummer: 23177990.1
- (22)

Anmeldetag: 07.06.2023
- (51)

Internationale Patentklassifikation (IPC):
C11D 11/00 (2006.01) C11D 3/04 (2006.01)
C11D 3/20 (2006.01) C11D 3/43 (2006.01)
C11D 10/04 (2006.01)
- (52)

Gemeinsame Patentklassifikation (CPC):
C11D 11/0094; C11D 3/046; C11D 3/2079;
C11D 3/43; C11D 10/04

- | | |
|--|--|
| <div>(84)</div> <div>Benannte Vertragsstaaten:
AL AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB
GR HR HU IE IS IT LI LT LU LV MC ME MK MT NL
NO PL PT RO RS SE SI SK SM TR
Benannte Erstreckungsstaaten:
BA
Benannte Validierungsstaaten:
KH MA MD TN</div> | <ul style="list-style-type: none">Sunder, Matthias
40593 Düsseldorf (DE)Blank, Volker
51375 Leverkusen (DE)Meier, Frank
40589 Düsseldorf (DE)Markiefka, Josef
41470 Neuss (DE)Schmiedel, Peter
40591 Düsseldorf (DE)Matzeit, Niklas
50126 Bergheim (DE) |
| <div>(71)</div> <div>Anmelder: Henkel AG & Co. KGaA
40589 Düsseldorf (DE)</div> | |
| <div>(72)</div> <div>Erfinder:<ul style="list-style-type: none">Sanchez Bastardo, Nuria
45147 Essen (DE)</div> | |

(54)

VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG EINES FLÜSSIGEN WASCHMITTELS

- (57)

Verfahren zur Herstellung eines flüssigen, Tensid-haltigen Waschmittels, enthaltend
 - i) 20 bis 80 Gew.-% Tensid;
 - ii) 2 bis 15 Gew.-% Fettsäure;
 - iii) 0,3 bis 8 Gew.-% Salz eines zweiwertigen Kations;
 - iv) 8 bis 35 Gew.-% Lösungsmittel;umfassend die Schritte:
 - a) Bereitstellen einer ersten flüssigen Zusammensetzung, enthaltend Tensid, Fettsäure und Lösungsmittel und Einleiten der ersten flüssigen Zusammensetzung in eine Hauptleitung;
 - b) Einbringen des Salzes eines zweiwertigen Kations in die flüssige Zusammensetzung, unter Ausbildung einer Salz-haltigen Zusammensetzung;
 - c) Mischen der Salz-haltigen Zusammensetzung mittels eines ersten dynamischen Mischers unter Ausbildung einer ersten Produktstufe;
 - d) Zwischenlagerung der ersten Produktstufe in einem Zwischenlagerbehälter;
 - e) Mischen der zwischengelagerten ersten Produktstufe in einem zweiten dynamischen Mischer unter Ausbildung einer zweiten Produktstufe.

Beschreibung

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung eines flüssigen Tensid-haltigen Waschmittels. Insbesondere betrifft die Erfindung ein sequentielles Verfahren zur Herstellung eines flüssigen Tensid-haltigen Waschmittels mit verbesserten optischen und rheologischen Eigenschaften.

[0002] An die Konfektions- und Angebotsformen von Wasch- und Waschmittel werden sich kontinuierlich ändernde Anforderungen gestellt. Ein Hauptaugenmerk liegt dabei seit geraumer Zeit auf der bequemen Dosierung von Wasch- und Waschmitteln durch den Verbraucher und der Vereinfachung der zur Durchführung eines Wasch- oder Reinigungs- verfahrens notwendigen Arbeitsschritte. Eine Lösung bieten vorportionierte Wasch- oder Waschmittel, beispielsweise Folienbeutel mit einer oder mehreren Aufnahmekammern für feste oder flüssige Wasch- oder Waschmittel, wobei aus technischer Sicht ein wesentliches Augenmerk auf der Entwicklung und Herstellung für die Konfektionierung in wasser- löslichen Folienbeuteln geeigneter flüssiger Waschmittel liegt.

[0003] Der kommerzielle Erfolg einer Waschmittelportionseinheit wird neben prozesstechnischen Aspekten selbst- verständlich auch durch Fähigkeit bestimmt, ein dem Verbraucherinteresse entsprechenden Produkt bereitzustellen. Ein wesentliches Mittel zur Kommunikation von Produktqualität und Produktversprechen ist dessen Optik einschließlich von Form und Farbe der Portionseinheit. Die gilt insbesondere auf für wasserlösliche Folienbeutel, deren lösliche Folien in der Regel transparent sind und den Blick auf die enthaltenen festen oder flüssigen Waschmittel freigeben. Während farbige, das heißt nicht-weiße Flüssigwaschmittel in einfacher Weise durch Zusatz entsprechender Farbstoffe erhalten werden können, ist die Bereitstellung weißer Flüssigwaschmittel deshalb herausfordernder, weil die bisher zu deren Herstellung eingesetzten Trübungsmittel aus ökologischer Sicht in zunehmendem Maße kritisch beurteilt werden. Vor diesem Hintergrund ist die Bereitstellung eines ökologisch akzeptablen Trübungsmittel ein relevantes Entwicklungsziel im Bereich der flüssigen Wasch- und Waschmittel.

[0004] Die Herstellung flüssiger Waschmittel erfolgt in der Regel mittels eines sequentiellen Verfahrens, in dessen Verlauf die Inhaltsstoffe des Waschmittels in zeitlicher Abfolge miteinander vermischt werden. Zur Erzielung eines homogenen Endprodukts werden die jeweiligen Zwischenprodukte und das Endprodukt unter Energieeintrag gemischt. Die Zwischen- und Endprodukte zeichnet sich nicht allein durch eine möglichst homogene Wirkstoffverteilung, sondern zusätzlich durch für die weitere Verarbeitung geeignete rheologische Eigenschaften aus. Art und Zeitpunkt der Einstellung dieser rheologischen Eigenschaften im Verlauf des Herstellverfahrens beeinflusst die Effizienz des Verfahrens. Bei- spielsweise verläuft der durch Pumpen bewirkte Transport flüssiger Waschmittel durch Leitungen oder Kessel dann störungsarm, wenn die rheologischen Eigenschaften des Waschmittels über die Produktionsdauer konstant bleiben. Gleiches gilt für die Abfüllung der Zwischen- und Endprodukte in Lagertanks oder Verkaufsgebinde wie Portionsbeutel oder Flaschen. Aufgrund der vergleichsweise geringen abgefüllten Volumina sind stabile rheologische Eigenschaften der Endprodukte bei deren Konfektionierung in wasserlöslichen Ein- oder Mehrkammerbeuteln von größter Relevanz.

[0005] Ein beispielhaftes mehrstufiges Verfahren zur Herstellung flüssiger Waschmittel wird in der europäischen Pa- tentanmeldung EP 4 155 374 A1 beschrieben.

[0006] Der Anmeldung die Aufgabe zugrunde, ein effizientes Verfahren zur Herstellung optisch ansprechender, kon- zentrierter Flüssigwaschmittel bereitzustellen. Die resultierenden Waschmittel sollten sich durch eine hohe chemische und physikalische Stabilität, insbesondere durch eine hohe zeitliche Stabilität ihrer optischen und rheologischen Eigen- schaften auszeichnen.

[0007] Ein erster Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung eines flüssigen, Tensid- haltigen Waschmittels, enthaltend

- i) 20 bis 80 Gew.-% Tensid;
- ii) 2 bis 15 Gew.-% Fettsäure;
- iii) 0,3 bis 8 Gew.-% Salz eines zweiwertigen Kations;
- iv) 8 bis 35 Gew.-% Lösungsmittel;

umfassend die Schritte:

- a) Bereitstellen einer ersten flüssigen Zusammensetzung, enthaltend Tensid, Fettsäure und Lösungsmittel und Einleiten der ersten flüssigen Zusammensetzung in eine Hauptleitung;
- b) Einbringen des Salzes eines zweiwertigen Kations in die flüssige Zusammensetzung, unter Ausbildung einer Salz-haltigen Zusammensetzung;
- c) Mischen der Salz-haltigen Zusammensetzung mittels eines ersten dynamischen Mischers unter Ausbildung einer ersten Produktstufe;
- d) Zwischenlagerung der ersten Produktstufe in einem Zwischenlagerbehälter;
- e) Mischen der zwischengelagerten ersten Produktstufe in einem zweiten dynamischen Mischer unter Ausbildung einer zweiten Produktstufe.

[0008] Ausgangspunkt des erfindungsgemäßen Verfahrens ist die Bereitstellung einer ersten flüssigen Zusammensetzung, enthaltend Tensid, Fettsäure und Lösungsmittel in Schritt a). Die Herstellung dieser Zubereitung kann im Vorfeld in kontinuierlicher oder diskontinuierlicher Weise erfolgen. Zur kontinuierlichen Herstellung eignet sich beispielsweise ein, vorzugsweise mit Mischvorrichtungen versehenes, Leitungssystem, in welchem die Bestandteile der Zubereitung miteinander in Kontakt gebracht und vermischt werden. Aufgrund des verringerten apparativen und operativen Aufwands bevorzugt ist es jedoch, wenn die Bereitstellung der ersten flüssigen Zusammensetzung diskontinuierlich erfolgt. Hierfür eignet sich beispielsweise die Bereitstellung der Zubereitung als lagerfähige Mischung (Master-Batch) in einem Rührkessel oder einem anderweitigen Behälter. Ein solcher Behälter ermöglicht nicht allein die Lagerung von Zwischenprodukten sondern erlaubt es zudem, etwaige Schwankungen in den Durchsatzraten der nachfolgenden, vorzugsweise kontinuierlich durchgeführten Verfahrensschritte b) bis e) abzuf puffern. Bevorzugt ist es daher weiterhin, wenn die erste flüssigen Zusammensetzung aus einem Pufferbehälter kontinuierlich in eine Hauptleitung eingeleitet wird.

[0009] In Schritt b) des Verfahrens wird Salz eines zweiwertigen Kations in die erste flüssige Zusammensetzung eingebracht. Als Salze eines zweiwertigen Kations eignen sich anorganische Salze ebenso wie organische Salze.

[0010] In einer Ausführungsform des Verfahrens ist das Salz eines zweiwertigen Kations in Schritt b) ausgewählt ist aus der Gruppe der anorganischen Salze. Besonders bevorzugt ist der Einsatz von Salzen zweiwertiger Kationen in Form ihrer wässrigen Lösungen, wobei das Salz ausgewählt ist aus der Gruppe der anorganischen Salze der zweiwertigen metallischen Kationen, insbesondere der Magnesium- und Calciumsalze, vorzugsweise aus der Gruppe Magnesiumchlorid, Magnesiumsulfat, Calciumchlorid und Calciumsulfat, insbesondere aus der Gruppe Magnesiumchlorid und Calciumchlorid, ganz besonders bevorzugt Calciumchlorid.

[0011] Zur Vereinfachung der Verfahrensführung ist es bevorzugt, wenn das anorganische Salz eines zweiwertigen Kations in Schritt b) in Form einer wässrigen Lösung, vorzugsweise einer alkalischen wässrigen Lösung, in die flüssige Zusammensetzung eingebracht wird.

[0012] Die Lösung des anorganischen Salzes eines zweiwertigen Kations weist vorzugsweise eine Salzkonzentration von 200 bis 800 g/l, bevorzugt von 250 bis 600 g/l auf. Ein entsprechender Salzgehalt vermindert einerseits die Menge des in die flüssige Zusammensetzung eingetragenen Wassers und ermöglicht andererseits eine hinreichend genaue Dosierung mit ausreichend großer Volumina der Salzlösung.

[0013] In einer alternativen Verfahrensführung ist das Salz eines zweiwertigen Kations in Schritt b) ausgewählt ist aus der Gruppe der organischen Salze. Anders als das anorganische Salz eines zweiwertigen Kations wird das organische Salz eines zweiwertigen Kations in Schritt b) vorzugsweise in Form einer Dispersion, besonders bevorzugt in Form einer alkalischen wässrigen Dispersion in die flüssige Zusammensetzung eingebracht.

[0014] Das organische Salz eines zweiwertigen Kations wird in Schritt b) vorzugsweise in Form einer Dispersion in die flüssige Zusammensetzung eingebracht, wobei das Salz vorzugsweise ausgewählt ist aus der Gruppe der organischen Salze der zweiwertigen metallischen Kationen, insbesondere der Magnesium- und Calciumsalze, vorzugsweise aus der Gruppe Fettsäuresalze von Magnesium- und Calcium, insbesondere der Fettsäuresalze von Calcium.

[0015] Als besonders vorteilhaft in Bezug auf die Ausbildung einer trüb-weißen Optik haben sich die Calciumsalze der Caprylsäure, Caprinsäure, Laurinsäure, Myristinsäure, Palmitinsäure, Stearinsäure, Ölsäure, Linolsäure und deren Mischungen, insbesondere Calciumsalze aus der Gruppe der Calciumstearate erwiesen.

[0016] Aus den für das anorganische Salz eines zweiwertigen Kations weiter oben angeführten Gründen weist auch die Dispersion des organischen Salzes eines zweiwertigen Kations eine Salzkonzentration von 200 bis 800 g/l, vorzugsweise von 250 bis 600 g/l auf.

[0017] In einer besonders bevorzugten Verfahrensvariante umfasst das Salz eines zweiwertigen Kations in Schritt b) anorganisches Salz und organisches Salz, vorzugsweise Calciumchlorid und Calciumstearat umfasst.

[0018] Der Zusatz des Salzes eines zweiwertigen Kations bewirkt die Ausbildung einer trüb-weißen Optik und einer für die weitere Verfahrensführung und den späteren Gebrauch vorteilhaften hinreichend hohen und stabilen Viskosität. Die Ausbildung beider physikalischer Eigenschaften der flüssigen Zusammensetzung wird durch eine Durchmischung aller Inhaltsstoffe befördert. Bevorzugt ist es daher weiterhin, die Austrittsöffnung der Nebenleitung, durch welche das Salz eines zweiwertigen Kations in Schritt b) über eine Nebenleitung kontinuierlich in die Hauptleitung eingebracht wird im Wirkungsbereich des ersten dynamischen Mischers liegt.

[0019] Werden in Schritt b) des Verfahrens sowohl anorganisches als auch organisches Salz eines zweiwertigen Kations in die flüssige Zusammensetzung eingebracht, so ist es bevorzugt, das anorganische Salz eines zweiwertigen Kations und das organische Salze eines zweiwertigen Kations über getrennte Nebenleitungen kontinuierlich in die Hauptleitung einzubringen, wobei die Austrittsöffnungen der Nebenleitungen vorzugsweise im Wirkungsbereich des ersten dynamischen Mischers liegen.

[0020] Es ist weiterhin bevorzugt, dass das Salz eines zweiwertigen Kations sowohl anorganisches Salz eines zweiwertigen Kations als auch organisches Salz eines zweiwertigen Kations umfasst und das anorganische Salz eines zweiwertigen Kations und das organische Salze eines zweiwertigen Kations in Schritt b) über getrennte Nebenleitungen zeitgleich in die Hauptleitung eingebracht werden wobei die Austrittsöffnung der Nebenleitungen mit besonderem Vorzug im Wirkungsbereich des ersten dynamischen Mischers liegen.

[0021] In einer alternativen Verfahrensführung werden als Salz eines zweiwertigen Kations sowohl anorganisches Salz eines zweiwertigen Kations als auch organische Salze eines zweiwertigen Kations eingesetzt und das anorganische Salz eines zweiwertigen Kations und das organische Salze eines zweiwertigen Kations werden in Schritt b) als Mischung über eine Nebenleitung kontinuierlich in die Hauptleitung eingebracht, wobei die Austrittsöffnung der Neben-

leitung vorzugsweise im Wirkungsbereich des ersten dynamischen Mischers liegt.

[0022] Für die Verfahrensführung und die resultierend trüb-weiße Optik des flüssigen, Tensid-haltigen Waschmittels hat es sich als vorteilhaft erwiesen, wenn das Stoffmengenverhältnis des in Schritt b) in Form eines anorganischen Salzes eines zweiwertigen Kations eingebrachten Salzes zu dem in Schritt b) in Form eines organischen Salzes eines zweiwertigen Kations eingebrachten Salzes 1:10 bis 10:1, bevorzugt 1:6 bis 6:1 und insbesondere 1:3 bis 3:1 beträgt.

[0023] Im Anschluss an das Einbringen des anorganischen und/oder organischen Salzes eines zweiwertigen Kations in die flüssige Zusammensetzung wird die resultierende Salz-haltige Zusammensetzung in Schritt c) gemischt. Überraschenderweise hat sich gezeigt, dass die zur Ausbildung eines stabilen Tensid-haltigen Waschmittels mit trüb-weißer Optik notwendige Mischzeit durch den Zusatz des organischen Salzes eines zweiwertigen Kations im Vergleich zu Verfahren, bei denen lediglich ein anorganisches Salz eines zweiwertigen Kations eingesetzt wird, deutlich verkürzt werden kann. Der Schritt c) erfolgt vorzugsweise für eine Zeitdauer von 0,5 bis 20 Sekunden, vorzugsweise von 2 bis 12 Sekunden. Der Mischvorgang erfolgt zudem vorzugsweise kontinuierlich.

[0024] Für die physikalischen Eigenschaften der ersten und der zweiten Produktstufe hat es sich als vorteilhaft erwiesen, wenn das Mischen der Salz-haltigen Zusammensetzung in Schritt c) mit einem Energieeintrag von 600 bis 2000 kW/m³, vorzugsweise von 900 bis 1400 kW/m³ erfolgt. Aus den genannten Gründen ist es weiterhin bevorzugt, wenn das Mischen der Salz-haltigen Zusammensetzung in Schritt c) mit einer Scherrate von 2000 bis 12000 s⁻¹, vorzugsweise von 6000 bis 9000 s⁻¹ erfolgt.

[0025] Die in Schritt c) erhaltene erste Produktstufe wird in Schritt d) zwischengelagert. Diese Zwischenlagerung erfolgt vorzugsweise für einen Zeitraum von 0,1 bis 50 Stunden, bevorzugt von 3 bis 25 Stunden. Zur Stabilisierung der Viskosität der ersten Produktstufe weist diese in Schritt d) vorzugsweise bei einer Temperatur von 15 bis 30 °C, bevorzugt von 18 bis 25 °C auf. Zur Verringerung der Zwischenlagerungsdauer und Verbesserung der rheologischen Eigenschaften der ersten Produktstufe ist es bevorzugt, die erste Produktstufe bei der Zwischenlagerung in Schritt d) zu rühren.

[0026] Die zwischengelagerte erste Produktstufe wird in Schritt e) in einem zweiten dynamischen Mischer unter Ausbildung der zweiten Produktstufe gemischt. Wie bereits in Schritt c) erfolgt das Mischen in Schritt e) vorzugsweise kontinuierlich.

[0027] Ein bevorzugter Zeitraum für das Mischen der zwischengelagerten ersten Produktstufe in Schritt e) beträgt 0,5 bis 20 Sekunden, besonders bevorzugt 2 bis 12 Sekunden.

[0028] Da Mischen der zwischengelagerten ersten Produktstufe in Schritt e) erfolgt vorzugsweise mit einem Energieeintrag von 600 bis 2000 kW/m³, besonders bevorzugt von 900 bis 1400 kW/m³.

[0029] Die Scherrate bei dem Mischvorgang e) beträgt vorzugsweise 2000 bis 12000 s⁻¹, besonders bevorzugt 6000 bis 9000 s⁻¹.

[0030] Die in Verfahrensschritt e) erhaltene zweite Produktstufe zeichnet sich durch eine hohe physikalische Stabilität, insbesondere durch eine hohe zeitliche Stabilität ihrer Viskosität aus. In einer bevorzugten Ausführungsform des Verfahrens wird die in Verfahrensschritt e) erhaltene zweite Produktstufe keiner erneuten Differenzierung unterzogen. Mit anderen Worten wird der zweiten Produktstufe im Anschluss an den Verfahrensschritt e) kein weiterer Inhaltsstoff zugefügt. Die Zusammensetzung der zweiten Produktstufe ist damit mit der Zusammensetzung des flüssigen, Tensid-haltigen Waschmittels identisch.

[0031] Die in Verfahrensschritt e) erhaltene zweite Produktstufe wird vorzugsweise ohne weitere Differenzierung verpackt und konfektioniert. Aufgrund der hohen zeitlichen Stabilität ihrer Viskosität kann die zweite Produktstufe vor ihrer Verpackung auch für längere Zeit gelagert werden. In einer bevorzugten Ausführungsform des Verfahrens wird die zweite Produktstufe im Anschluss an Schritt e) in einem weiteren Schritt f) gelagert wird. Der Zeitraum für die Lagerung in Schritt f) kann beispielsweise mehr als 0,5 Stunden, insbesondere mehr als 6 Stunden aber auch mehr als 24 Stunden betragen.

[0032] Zur Erhöhung der Verfahrenseffizienz ist es bevorzugt, wenn die zweite Produktstufe im Anschluss an Schritt e) in einem weiteren Schritt f) für einen Zeitraum von weniger als 120 Stunden, vorzugsweise von weniger als 24 Stunden und insbesondere von weniger als 2 Stunden gelagert wird.

[0033] Bei ihrer Lagerung in dem weiteren Schritt f) weist die zweite Produktstufe vorzugsweise eine Temperatur von 18 bis 29°C und insbesondere von 20 bis 24°C auf. Die Einhaltung dieses Temperaturbereichs verstärkt die, durch den Einsatz des zweiten dynamischen Mischers bewirkte zeitliche Stabilität der Viskosität der zweiten Produktstufe.

[0034] Ein erster wesentlicher Bestandteil des flüssigen, Tensid-haltigen Waschmittels und der ersten flüssigen Zusammensetzung ist das Tensid, welches zu 20 bis 80 Gew.-%, vorzugsweise zu 30 bis 75 Gew.-% und insbesondere zu 40 bis 70 Gew.-% in dem flüssigen, Tensid-haltigen Waschmittel enthalten ist.

[0035] Zur Gruppe der Tenside werden die nichtionischen, die anionischen, die kationischen und die amphoteren Tenside gezählt. Die erfindungsgemäßen Zusammensetzungen können eines oder mehrere der genannten Tenside

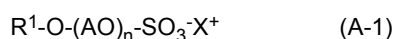
umfassen. Besonders bevorzugte Zusammensetzungen enthalten als Tensid mindestens ein anionisches Tensid.

[0036] Das anionische Tensid ist bevorzugt ausgewählt aus der Gruppe umfassend C₉-C₁₃-Alkylbenzolsulfonaten, Olefinsulfonaten, C₁₂-C₁₈-Alkansulfonaten, Estersulfonaten, Alk(en)ylsulfaten, Fettalkoholethersulfaten und Mischungen daraus. Zusammensetzungen, die als anionisches Tensid C₉-C₁₃-Alkylbenzolsulfonate und Fettalkoholethersulfate umfassen, weisen besonders gute, dispergierende Eigenschaften auf. Als Tenside vom Sulfonat-Typ kommen dabei vorzugsweise C₉-C₁₃-Alkylbenzolsulfonate, Olefinsulfonate, das heißt 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 auch C₁₂-C₁₈-Alkansulfonate und die Ester von α-Sulfofettsäuren (Estersulfonate), zum Beispiel die α-sulfonierten Methylester der hydrierten Kokos-, Palmkern- oder Talgfettsäuren.

[0037] Als Alk(en)ylsulfate werden die Alkali- und insbesondere die Natriumsalze der Schwefelsäurehalbester der C₁₂-C₁₈-Fettalkohole, beispielsweise aus Kokosfettalkohol, Talgfettalkohol, Lauryl-, Myristyl-, Cetyl- oder Stearylalkohol oder der C₁₀-C₂₀-Oxoalkohole und diejenigen Halbestern sekundärer Alkohole dieser Kettenlängen bevorzugt. Aus waschtechnischem Interesse sind die C₁₂-C₁₆-Alkylsulfate und C₁₂-C₁₅-Alkylsulfate sowie C₁₄-C₁₅-Alkylsulfate bevorzugt. Auch 2,3-Alkylsulfate sind geeignete anionische Tenside.

[0038] Als Alk(en)ylsulfate werden bevorzugt die Salze der Schwefelsäurehalbester der Fettalkohole mit 12 bis 18 C-Atomen, beispielsweise aus Kokosfettalkohol, Talgfettalkohol, Lauryl-, Myristyl-, Cetyl- oder Stearylalkohol oder der Oxo-Alkohole mit 10 bis 20 C-Atomen und diejenigen Halbestern sekundärer Alkohole dieser Kettenlängen bevorzugt. Aus waschtechnischem Interesse sind die Alkylsulfate mit 12 bis 16 C-Atomen und Alkylsulfate mit 12 bis 15 C-Atomen sowie Alkylsulfate mit 14 und 15 C-Atomen bevorzugt. Auch 2,3-Alkylsulfate sind geeignete anionische Tenside.

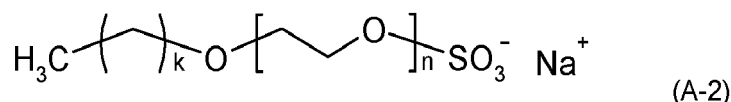
[0039] Auch Fettalkoholethersulfate, wie die Schwefelsäuremonoester der mit 1 bis 6 Mol Ethylenoxid ethoxylierten geradkettigen oder verzweigten C₇-C₂₁-Alkohole, wie 2-Methyl-verzweigte C₉-11-Alkohole mit im Durchschnitt 3,5 Mol Ethylenoxid (EO) oder C₁₂-18-Fettalkohole mit 1 bis 4 EO, sind geeignet. Bevorzugt sind Alkylethersulfate mit der Formel (A-1)



[0040] In dieser Formel (A-1) steht R¹ für einen linearen oder verzweigten, substituierten oder unsubstituierten Alkylrest, vorzugsweise für einen linearen, unsubstituierten Alkylrest, besonders bevorzugt für einen Fettalkoholrest. Bevorzugte Reste R¹ der Formel (A-1) sind ausgewählt aus Decyl-, Undecyl-, Dodecyl-, Tridecyl-, Tetradecyl-, Pentadecyl-, Hexadecyl-, Heptadecyl-, Octadecyl-, Nonadecyl-, Eicosylresten und deren Mischungen, wobei die Vertreter mit gerader Anzahl an C-Atomen bevorzugt sind. Besonders bevorzugte Reste R¹ der Formel (A-1) sind abgeleitet von Fettalkoholen mit 12 bis 18 C-Atomen, beispielsweise von Kokosfettalkohol, Talgfettalkohol, Lauryl-, Myristyl-, Cetyl- oder Stearylalkohol oder von Oxoalkoholen mit 10 bis 20 C-Atomen.

[0041] AO steht in Formel (A-1) für eine Ethylenoxid- (EO) oder Propylenoxid- (PO) Gruppierung, vorzugsweise für eine Ethylenoxidgruppierung. Der Index n der Formel (A-1) ist eine ganze Zahl von 1 bis 50, vorzugsweise von 1 bis 20 und insbesondere von 2 bis 10. Ganz besonders bevorzugt ist n 2, 3, 4, 5, 6, 7 oder 8. X ist ein einwertiges Kation oder den n-ten Teil eines n-wertigen Kations, bevorzugt sind dabei die Alkalimetallionen und darunter Na⁺ oder K⁺, wobei Na⁺ äußerst bevorzugt ist. Weitere Kationen X⁺ können ausgewählt sein aus NH₄⁺, ½ Zn²⁺, ½ Mg²⁺, ½ Ca²⁺, ½ Mn²⁺, und deren Mischungen.

[0042] Besonders bevorzugte Zusammensetzungen enthalten ein Alkylethersulfat ausgewählt aus Fettalkoholethersulfaten der Formel A-2

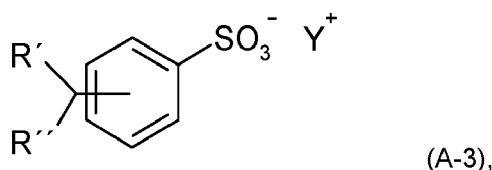


mit k = 11 bis 19, n = 2, 3, 4, 5, 6, 7 oder 8. Ganz besonders bevorzugte Vertreter sind Na Fettalkoholethersulfate mit 12 bis 18 C-Atomen und 2 EO (k = 11 bis 13, n = 2 in Formel A-1). Der angegebenen Ethoxylierungsgrad stellt einen statistischen Mittelwert dar, der für ein spezielles Produkt eine ganze oder eine gebrochene Zahl sein kann. Die angegebenen Alkoxylierungsgrade stellen statistische Mittelwerte dar, die für ein spezielles Produkt eine ganze oder eine gebrochene Zahl sein können. Bevorzugte Alkoxylate/Ethoxylate weisen eine eingeeengte Homologenverteilung auf (narrow range ethoxylates, NRE).

[0043] In einer besonders bevorzugten Ausführungsform enthält die Zusammensetzung C₉-C₁₃-Alkylbenzolsulfonate und gegebenenfalls zusätzlich Fettalkoholethersulfate als anionisches Tensid.

[0044] Es ist ganz besonders bevorzugt, wenn in der Zusammensetzung mindestens ein anionisches Tensid der

Formel (A-3) enthalten ist,



10 in der

R' und R" unabhängig H oder Alkyl sind und zusammen 9 bis 19, vorzugsweise 9 bis 15 und insbesondere 9 bis 13 C-Atome enthalten, und Y⁺ ein einwertiges Kation oder den n-ten Teil eines n-wertigen Kations (insbesondere Na⁺) bedeuten.

15 **[0045]** Zusammenfassend enthalten mittels des erfindungsgemäßen Verfahrens bevorzugt hergestellte flüssige Tensid-haltige Waschmittel als Tensid mindestens ein anionisches Tensid, vorzugsweise mindestens ein anionisches Tensid aus der Gruppe bestehend aus C₈₋₁₈-Alkylbenzolsulfonaten, C₈₋₁₈-Olefin sulfonaten, C₁₂₋₁₈-Alkylsulfonaten, C₈₋₁₈-Estersulfonaten, C₈₋₁₈-Alkylsulfaten, C₈₋₁₈-Alkenylsulfaten, Fettalkoholethersulfaten, insbesondere mindestens ein anionisches Tensid aus der Gruppe der C₈₋₁₈-Alkylbenzolsulfonate.

20 **[0046]** Der Gewichtsanteil des anionischen Tensids am Gesamtgewicht der flüssigen Tensid-haltigen Waschmittel beträgt vorzugsweise 20 bis 60 Gew.-% und insbesondere 22 bis 50 Gew.-%.

[0047] Als zweiten wesentlichen Bestandteil enthält das flüssige, Tensid-haltige Waschmittel und die erste flüssigen Zusammensetzung Fettsäure. Für die optischen Eigenschaften, das Viskositätsprofil und die Reinigungsleistung der Zubereitung hat es sich als vorteilhaft erwiesen, wenn das flüssige, Tensid-haltige Waschmittel, bezogen auf sein Gesamtgewicht 4 bis 12 Gew.-%, vorzugsweise 6 bis 10 Gew.-% Fettsäure enthält. Dieser Gewichtsanteil bezeichnet des Gewichtsanteil des mittels des Verfahrens hergestellten flüssigen, Tensid-haltigen Waschmittels und schließt sowohl die in der in Schritt a) bereitgestellten Fettsäuren, also auch die in Schritt gegebenenfalls eingebrachten Fettsäure-haltigen organischen Salze eines zweiwertigen Kations als auch solche gegebenenfalls zu einem anderen Zeitpunkt zugefügten Fettsäuren mit ein. Die Fettsäuren können in Säureform oder in Form ihrer Salze vorliegen.

30 **[0048]** Bevorzugte Fettsäuren sind ausgewählt aus der Gruppe Caprylsäure, Caprinsäure, Laurinsäure, Myristinsäure, Palmitinsäure, Stearinsäure, Ölsäure, Linolsäure und deren Mischungen.

[0049] Als dritten wesentlichen Bestandteil enthält das flüssige, Tensid-haltige Waschmittel das Salz eines zweiwertigen Kations. Der Gewichtsanteil dieses Salzes am Gesamtgewicht des flüssigen, Tensid-haltigen Waschmittels beträgt vorzugsweise 0,4 bis 6 Gew.-% und insbesondere 0,5 bis 4 Gew.-%. Diese Gewichtsanteile haben sich sowohl in Bezug auf die Optik als auch die Viskosität der Zubereitung als vorteilhaft erwiesen.

35 **[0050]** Als vierten wesentlichen Bestandteil enthält das erfindungsgemäß hergestellte Waschmittel ein Lösungsmittel. Der Gewichtsanteil des Lösungsmittels am Gesamtgewicht der Waschmittelzubereitung beträgt vorzugsweise 12 bis 32 Gew.-% und insbesondere 15 bis 30 Gew.-%. In Bezug auf die Verarbeitbarkeit, insbesondere die Dosierbarkeit der Waschmittelzubereitung in dem erfindungsgemäßen Verfahren, hat es sich als vorteilhaft erwiesen, wenn das flüssige, Tensid-haltige Waschmittel, bezogen auf sein Gesamtgewicht, 7 bis 20 Gew.-%, vorzugsweise 10 bis 18 Gew.-% organisches Lösungsmittel enthält.

40 **[0051]** Bevorzugte organische Lösungsmittel sind ausgewählt aus der Gruppe Ethanol, n-Propanol, i-Propanol, Butanolen, Glykol, Propandiol, Butandiol, Methylpropandiol, Glycerin, Diglykol, Propyldiglykol, Butyldiglykol, Hexylenglykol, Ethylenglykolmethylether, Ethylenglykolethylether, Ethylenglykolpropylether, Ethylenglykolmono-n-butylether, Diethylenglykolmethylether, Diethylenglykolethylether, Propylenglykolmethylether, Propylenglykolethylether, Propylenglykolpropylether, Dipropylenglykolmonomethylether, Dipropylenglykolmonoethylether, Methoxytriglykol, Ethoxytriglykol, Butoxytriglykol, 1-Butoxyethoxy-2-propanol, 3-Methyl-3-methoxybutanol, Propylen-glykol-t-butylether, Di-n-octylether sowie deren Mischungen, vorzugsweise aus der Gruppe Propandiol, Glycerin und deren Mischungen.

45 **[0052]** Bei dem flüssigen, Tensid-haltigen Waschmittel handelt es sich vorzugsweise um ein wasserarmes Substanzgemisch. Bevorzugt werden solche Waschmittel, welche, bezogen auf ihr Gesamtgewicht, weniger als 18 Gew.-%, vorzugsweise weniger als 15 Gew.-% Wasser enthalten.

50 **[0053]** Zusammenfassend ist das erfindungsgemäße Verfahren für flüssige, Tensid-haltige Waschmittel vorteilhaft, welche, bezogen auf ihr Gesamtgewicht,

- i) 20 bis 80 Gew.-% Tensid einschließlich 20 bis 50 Gew.-% anionisches Tensid;
- ii) 4 bis 12 Gew.-% Fettsäure;
- iii) 0,5 bis 4 Gew.-% Salz eines zweiwertigen metallischen Kations;
- iv) 8 bis 35 Gew.-% Lösungsmittel

EP 4 474 454 A1

enthalten.

[0054] Die Zusammensetzung einiger bevorzugt hergestellter flüssiger, Tensid-haltiger Waschmittel kann den folgenden Tabellen entnommen werden (Angaben in Gew.-% bezogen auf das Gesamtgewicht des Waschmittels sofern nicht anders angegeben).

	Formel 1	Formel 2	Formel 3	Formel 4
Tensid	20 bis 80	30 bis 75	30 bis 75	40 bis 70
Fettsäure	2 bis 15	4 bis 12	4 bis 12	6 bis 10
anorganisches und organisches Salz eines zweiwertigen Kations	0,3 bis 8	0,3 bis 8	0,4 bis 6	0,5 bis 4
Lösungsmittel	8 bis 35	12 bis 32	12 bis 32	15 bis 30
Misc	ad 100	ad 100	ad 100	ad 100

	Formel 6	Formel 7	Formel 8	Formel 9
Tensid insgesamt	20 bis 80	30 bis 75	30 bis 75	40 bis 70
Anionisches Tensid *	20 bis 60	20 bis 60	20 bis 50	20 bis 50
Fettsäure	2 bis 15	4 bis 12	4 bis 12	6 bis 10
anorganisches und organisches Salz eines zweiwertigen Kations	0,3 bis 8	0,3 bis 8	0,4 bis 6	0,5 bis 4
Lösungsmittel	8 bis 35	12 bis 32	12 bis 32	15 bis 30
Misc	ad 100	ad 100	ad 100	ad 100

	Formel 11	Formel 12	Formel 13	Formel 14
Tensid	20 bis 80	30 bis 75	30 bis 75	40 bis 70
Fettsäure	2 bis 15	4 bis 12	4 bis 12	6 bis 10
Calciumsalz	0,3 bis 8	0,3 bis 8	0,4 bis 6	0,5 bis 4
Lösungsmittel	8 bis 35	12 bis 32	12 bis 32	15 bis 30
Misc	ad 100	ad 100	ad 100	ad 100

	Formel 16	Formel 17	Formel 18	Formel 19
Tensid insgesamt	20 bis 80	30 bis 75	30 bis 75	40 bis 70
Anionisches Tensid *	20 bis 60	20 bis 60	20 bis 50	20 bis 50
Fettsäure	2 bis 15	4 bis 12	4 bis 12	6 bis 10
Calciumsalz	0,3 bis 8	0,3 bis 8	0,4 bis 6	0,5 bis 4
Lösungsmittel	8 bis 35	12 bis 32	12 bis 32	15 bis 30
Misc	ad 100	ad 100	ad 100	ad 100

	Formel 21	Formel 22	Formel 23	Formel 24
Tensid	20 bis 80	30 bis 75	30 bis 75	40 bis 70
Fettsäure	2 bis 15	4 bis 12	4 bis 12	6 bis 10

EP 4 474 454 A1

(fortgesetzt)

		Formel 21	Formel 22	Formel 23	Formel 24
5	anorganisches und organisches Salz eines zweiwertigen Kations	0,3 bis 8	0,3 bis 8	0,4 bis 6	0,5 bis 4
	Lösungsmittel insgesamt	8 bis 35	12 bis 32	12 bis 32	15 bis 30
	organisches Lösungsmittel	7 bis 20	7 bis 20	10 bis 18	10 bis 18
10	Wasser	<18	<18	<15	<15
	Misc	ad 100	ad 100	ad 100	ad 100

15		Formel 26	Formel 27	Formel 28	Formel 29
	Tensid insgesamt	20 bis 80	30 bis 75	30 bis 75	40 bis 70
	Anionisches Tensid *	20 bis 60	20 bis 60	20 bis 50	20 bis 50
20	Fettsäure	2 bis 15	4 bis 12	4 bis 12	6 bis 10
	anorganisches und organisches Salz eines zweiwertigen Kations	0,3 bis 8	0,3 bis 8	0,4 bis 6	0,5 bis 4
	Lösungsmittel insgesamt	8 bis 35	12 bis 32	12 bis 32	15 bis 30
25	organisches Lösungsmittel	7 bis 20	7 bis 20	10 bis 18	10 bis 18
	Wasser	<18	<18	<15	<15
	Misc	ad 100	ad 100	ad 100	ad 100

30		Formel 31	Formel 32	Formel 33	Formel 34
	Tensid	20 bis 80	30 bis 75	30 bis 75	40 bis 70
	Fettsäure	2 bis 15	4 bis 12	4 bis 12	6 bis 10
35	Calciumsalz	0,3 bis 8	0,3 bis 8	0,4 bis 6	0,5 bis 4
	Lösungsmittel insgesamt	8 bis 35	12 bis 32	12 bis 32	15 bis 30
	organisches Lösungsmittel	7 bis 20	7 bis 20	10 bis 18	10 bis 18
40	Wasser	<18	<18	<15	<15
	Misc	ad 100	ad 100	ad 100	ad 100

45		Formel 36	Formel 37	Formel 38	Formel 39
	Tensid insgesamt	20 bis 80	30 bis 75	30 bis 75	40 bis 70
	Anionisches Tensid *	20 bis 60	20 bis 60	20 bis 50	20 bis 50
50	Fettsäure	2 bis 15	4 bis 12	4 bis 12	6 bis 10
	Calciumsalz	0,3 bis 8	0,3 bis 8	0,4 bis 6	0,5 bis 4
	Lösungsmittel insgesamt	8 bis 35	12 bis 32	12 bis 32	15 bis 30
	organisches Lösungsmittel	7 bis 20	7 bis 20	10 bis 18	10 bis 18
55	Wasser	<18	<18	<15	<15

(fortgesetzt)

	Formel 36	Formel 37	Formel 38	Formel 39
Misc	ad 100	ad 100	ad 100	ad 100
* vorzugsweise C ₈₋₁₈ -Alkylbenzolsulfonate				

[0055] In einer weiteren technisch vorteilhaften Variante des erfindungsgemäßen Verfahrens enthält das flüssige, Tensid-haltige Waschmittel, bezogen auf sein Gesamtgewicht, vorzugsweise 12 bis 30 Gew.-%, vorzugsweise 15 bis 25 Gew.-% nichtionisches Tensid.

[0056] Bevorzugte nichtionische Tenside werden aus der Gruppe der ethoxylierten primären C₈₋₁₈-Alkohole, vorzugsweise der ethoxylierten primären C₈₋₁₈-Alkohole mit einem Alkoxylierungsgrad ≥ 4 , besonders bevorzugt der C₁₂₋₁₄-Alkohole mit 4 EO oder 7 EO, der C₉₋₁₁-Alkohole mit 7 EO, der C₁₃₋₁₅-Alkohole mit 5 EO, 7 EO oder 8 EO, der C₁₃₋₁₅-Oxoalkohole mit 7 EO, der C₁₂₋₁₈-Alkohole mit 5 EO oder 7 EO, insbesondere der C₁₂₋₁₈-Fettalkohole mit 7 EO oder der C₁₃₋₁₅-Oxoalkohole mit 7 EO ausgewählt.

[0057] In Bezug auf die rheologischen Eigenschaften des Waschmittels und dessen Verarbeitbarkeit hat es sich als vorteilhaft erwiesen, anionisches Tensid und nichtionisches Tensid in einem Gewichtsverhältnis von 3:1 bis 1:2, vorzugsweise von 2:1 bis 1:1,5 und insbesondere von 1,4:1 bis 1:1 einzusetzen.

[0058] Als technisch ganz besonders vorteilhaft hat es sich erwiesen, das zuvor beschriebene Tensidsystem aus anionischem und nichtionischem Tensid um ein weiteres Co-Tensid zu ergänzen. Der Gewichtsanteil des Co-Tensids am Gesamtgewicht der fließfähigen Waschmittelzubereitung beträgt vorzugsweise 0,5 bis 5 Gew.-%. Im Rahmen dieser Anmeldung werden die Co-Tenside nicht den weiter oben beschriebenen Tensiden zugerechnet. Bevorzugte Co-Tenside sind ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus alkoxylierten C₈-C₁₈-Fettalkoholen mit einem Alkoxylierungsgrad ≤ 3 , aliphatischen C₆-C₁₄-Alkoholen, aromatischen C₆-C₁₄-Alkoholen, aliphatischen C₆-C₁₂-Dialkoholen, Monoglyceride von C₁₂-C₁₈-Fettsäuren, Monoglycerinether von C₈-C₁₈-Fettalkoholen und Mischungen daraus enthält, vorzugsweise aus der Gruppe bestehend aus alkoxylierten C₈-C₁₈-Fettalkoholen mit einem Alkoxylierungsgrad ≤ 3 .

[0059] Die Zugabe des Co-Tensids erfolgt vorzugsweise zeitlich gemeinsam mit der Zugabe des anorganischen Salzes eines zweiwertigen Kations in die flüssige Zusammensetzung. Es ist verfahrenstechnisch bevorzugt, wenn in Schritt b) ein nichtionisches Co-Tensid der Gruppe bestehend aus alkoxylierten C₈-C₁₈-Fettalkoholen mit einem Alkoxylierungsgrad ≤ 3 , aliphatischen C₆-C₁₄-Alkoholen, aromatischen C₆-C₁₄-Alkoholen, aliphatischen C₆-C₁₂-Dialkoholen, Monoglyceride von C₁₂-C₁₈-Fettsäuren, Monoglycerinether von C₈-C₁₈-Fettalkoholen und Mischungen daraus enthält, vorzugsweise aus der Gruppe bestehend aus alkoxylierten C₈-C₁₈-Fettalkoholen mit einem Alkoxylierungsgrad ≤ 3 über eine Nebenleitung kontinuierlich in die Hauptleitung eingebracht wird und die Austrittsöffnung der Nebenleitung vorzugsweise im Wirkbereich des ersten dynamischen Mischers liegt.

[0060] In einer alternativen Verfahrensführung wird das Co-Tensid vor dem Salz eines organischen Salzes eines zweiwertigen Kations in die flüssige Zusammensetzung eingebracht.

[0061] Zusammenfassend ist eine zweite besonders bevorzugte Ausführungsform des Verfahrens dadurch gekennzeichnet, dass das flüssige Tensid-haltige Waschmittel, bezogen auf sein Gesamtgewicht,

i) 20 bis 50 Gew.-% anionisches Tensid sowie 12 bis 30 Gew.-% nichtionisches Tensid;

ii) 4 bis 12 Gew.-% Fettsäure;

iii) 0,5 bis 4 Gew.-% Salz eines zweiwertigen metallischen Kations;

iv) 8 bis 35 Gew.-% Lösungsmittel

vi) 0,5 bis 5 Gew.-% eines von dem nichtionischen Tensid verschiedenen Co-Tensids ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus alkoxylierten C₈-C₁₈-Fettalkoholen mit einem Alkoxylierungsgrad ≤ 3 , aliphatischen C₆-C₁₄-Alkoholen, aromatischen C₆-C₁₄-Alkoholen, aliphatischen C₆-C₁₂-Dialkoholen, Monoglyceride von C₁₂-C₁₈-Fettsäuren, Monoglycerinether von C₈-C₁₈-Fettalkoholen und Mischungen daraus, vorzugsweise aus der Gruppe bestehend aus alkoxylierten C₈-C₁₈-Fettalkoholen mit einem Alkoxylierungsgrad ≤ 3 enthält.

[0062] Die Zusammensetzung einiger weiterer besonders bevorzugt hergestellter flüssiger Waschmittel kann den folgenden Tabellen entnommen werden (Angaben in Gew.-% bezogen auf das Gesamtgewicht des Waschmittels sofern nicht anders angegeben).

	Formel 1b	Formel 2b	Formel 3b	Formel 4b
Tensid insgesamt	20 bis 80	30 bis 75	30 bis 75	40 bis 70
Anionisches Tensid *	20 bis 60	20 bis 60	20 bis 50	20 bis 50

EP 4 474 454 A1

(fortgesetzt)

	Formel 1b	Formel 2b	Formel 3b	Formel 4b
Nichtionisches Tensid	12 bis 30	12 bis 30	15 bis 25	15 bis 25
Co-Tensid **	0,5 bis 5	0,5 bis 5	0,5 bis 4	0,5 bis 4
Fettsäure	2 bis 15	4 bis 12	4 bis 12	6 bis 10
anorganisches und organisches Salz eines zweiwertigen Kations	0,3 bis 8	0,3 bis 8	0,4 bis 6	0,5 bis 4
Lösungsmittel	8 bis 35	12 bis 32	12 bis 32	15 bis 30
Misc	ad 100	ad 100	ad 100	ad 100

	Formel 6b	Formel 7b	Formel 8b	Formel 9b
Tensid insgesamt	20 bis 80	30 bis 75	30 bis 75	40 bis 70
Anionisches Tensid *	20 bis 60	20 bis 60	20 bis 50	20 bis 50
Nichtionisches Tensid	12 bis 30	12 bis 30	15 bis 25	15 bis 25
Co-Tensid **	0,5 bis 5	0,5 bis 5	0,5 bis 4	0,5 bis 4
Fettsäure	2 bis 15	4 bis 12	4 bis 12	6 bis 10
Calciumsalz	0,3 bis 8	0,3 bis 8	0,4 bis 6	0,5 bis 4
Lösungsmittel	8 bis 35	12 bis 32	12 bis 32	15 bis 30
Misc	ad 100	ad 100	ad 100	ad 100

	Formel 11b	Formel 12b	Formel 13b	Formel 14b
Tensid insgesamt	20 bis 80	30 bis 75	30 bis 75	40 bis 70
Anionisches Tensid *	20 bis 60	20 bis 60	20 bis 50	20 bis 50
Nichtionisches Tensid	12 bis 30	12 bis 30	15 bis 25	15 bis 25
Co-Tensid **	0,5 bis 5	0,5 bis 5	0,5 bis 4	0,5 bis 4
Fettsäure	2 bis 15	4 bis 12	4 bis 12	6 bis 10
anorganisches und organisches Salz eines zweiwertigen Kations	0,3 bis 8	0,3 bis 8	0,4 bis 6	0,5 bis 4
Lösungsmittel insgesamt	8 bis 35	12 bis 32	12 bis 32	15 bis 30
organisches Lösungsmittel	7 bis 20	7 bis 20	10 bis 18	10 bis 18
Wasser	<18	<18	<15	<15
Misc	ad 100	ad 100	ad 100	ad 100

	Formel 16b	Formel 17b	Formel 18b	Formel 19b
Tensid insgesamt	20 bis 80	30 bis 75	30 bis 75	40 bis 70
Anionisches Tensid *	20 bis 60	20 bis 60	20 bis 50	20 bis 50
Nichtionisches Tensid	12 bis 30	12 bis 30	15 bis 25	15 bis 25
Co-Tensid **	0,5 bis 5	0,5 bis 5	0,5 bis 4	0,5 bis 4

(fortgesetzt)

	Formel 16b	Formel 17b	Formel 18b	Formel 19b
Fettsäure	2 bis 15	4 bis 12	4 bis 12	6 bis 10
Calciumsalz	0,3 bis 8	0,3 bis 8	0,4 bis 6	0,5 bis 4
Lösungsmittel insgesamt	8 bis 35	12 bis 32	12 bis 32	15 bis 30
organisches Lösungsmittel	7 bis 20	7 bis 20	10 bis 18	10 bis 18
Wasser	<18	<18	<15	<15
Misc	ad 100	ad 100	ad 100	ad 100
* vorzugsweise C₈₋₁₈-Alkylbenzolsulfonate ** von dem nichtionischen Tensid verschiedenes Co-Tensid ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus alkoxylierten C₈-C₁₈-Fettalkoholen mit einem Alkoxylierungsgrad ≤ 3, aliphatischen C₆-C₁₄-Alkoholen, aromatischen C₆-C₁₄-Alkoholen, aliphatischen C₆-C₁₂-Dialkoholen, Monoglyceride von C₁₂-C₁₈-Fettsäuren, Monoglycerinether von C₈-C₁₈-Fettalkoholen und Mischungen daraus, vorzugsweise aus der Gruppe bestehend aus alkoxylierten C₈-C₁₈-Fettalkoholen mit einem Alkoxylierungsgrad ≤ 3				

[0063] Die zweite Produktstufe weist im Anschluss an Schritt e) vorzugsweise eine Viskosität (20°C, Brookfield Viskosimeter Model DV2T, Spindel Nr. 31, 12 rpm) von 400 bis 2000 mPas, vorzugsweise von 1000 bis 1700 mPas auf.

[0064] Das flüssige, Tensid-haltige Waschmittel ist vorzugsweise in Form eines strukturierten Systems ausgebildet. Die Haupttypen an strukturiertem System, die in der Praxis verwendet werden, basieren auf dispergierten lamellaren, sphärolitischen und abgeschwächt lamellaren Phasen. Das flüssige, Tensid-haltige Waschmittel enthält vorzugsweise eine sphärolitische Phase. Sphärolitische Phasen umfassen kugelförmige Körper, die in der Technik gewöhnlich als Sphärolite bezeichnet werden, in denen Tensid-Doppelschichten als konzentrische Schalen angeordnet sind. Die Sphärolite sind in einer wässrigen Phase nach der Art einer klassischen Emulsion dispergiert und interagieren und Ausbildung eines strukturierten Systems. Bevorzugte zweite Produktstufen weisen im Anschluss an Schritt e) lamellare Sphärolite, vorzugsweise mit einem maximalen Durchmesser von 10 bis 100 µm, besonders bevorzugt mit einem maximalen Durchmesser von 25 bis 50 µm auf.

[0065] Die zweite Produktstufe weist im Anschluss an Schritt e) weiterhin vorzugsweise eine Fließgrenze (TA Instruments Rotationsrheometer AR 2000, 20°C, 40 mm parallel plate, Peltier plate Steel) oberhalb 0,1 Pa, vorzugsweise oberhalb 0,3 Pa auf.

[0066] Die rheologischen Eigenschaften des flüssigen Waschmittels begründen deren effiziente Verarbeitbarkeit in dem erfindungsgemäßen Verfahren, und bilden darüber hinaus die Grundlage ihrer vorteilhaften optischen Eigenschaften, einschließlich ihres trüb-weißen Aussehens.

[0067] Die Nephelometric Turbidity Unit (Nephelometrischer Trübungswert; NTU) wird häufig als Messwert für Transparenz herangezogen. Sie ist eine z.B. in der Wasseraufbereitung verwendete Einheit für Trübungsmessungen z.B. in Flüssigkeiten. Sie ist die Einheit einer mit einem kalibrierten Nephelometer gemessenen Trübung. Hohe NTU-Werte werden für getrübbte Zusammensetzungen gemessen, wogegen niedrige Werte für klare Zusammensetzungen bestimmt werden.

[0068] Der Einsatz des Turbidimeters vom Typ HACH Turbidimeter 2100Q der Fa. Hach Company, Loveland, Colorado (USA) erfolgt dabei unter Verwendung der Kalibriersubstanzen StablCal Solution HACH (20 NTU), StablCal Solution HACH (100 NTU) und StablCal Solution HACH (800 NTU), alle können ebenfalls von der Firma Hach Company bestellt werden. Die Messung wird in einer 10 ml Messküvette mit Kappe mit der zu untersuchenden Zusammensetzung befüllt und die Messung bei 20 °C durchgeführt.

[0069] Bei einem NTU-Wert (bei 20°C) von 60 oder mehr weisen Formkörper mit dem bloßen Auge erkennbar im Sinne der Erfindung eine wahrnehmbare Trübung auf. Die Trübung (HACH Turbidimeter 2100Q, 20°C, 10 ml Küvette) der zweiten Produktstufe liegt im Anschluss an Schritt e) vorzugsweise oberhalb 60 NTU, bevorzugt oberhalb 100 NTU und insbesondere oberhalb 400 NTU.

[0070] Das flüssige Waschmittel ist vorzugsweise frei von organischen Trübungsmitteln. "Frei von", wie in diesem Zusammenhang verwendet, bedeutet, dass der entsprechende Bestandteil in einer Menge <1 Gew.-%, vorzugsweise <0.1 Gew.-%, noch bevorzugter <0.01 Gew.-% in der Zubereitung vorhanden ist. Insbesondere ist ein solcher Bestandteil dann nicht absichtlich zugesetzt. Das flüssige Tensid-haltige Waschmittel enthält vorzugsweise insbesondere keine Styrol-Acrylat Copolymere (INCI: Styrol/Acrylates-Copolymer).

[0071] Das erfindungsgemäß hergestellte flüssige, Tensid-haltige Waschmittel kann von Enzymen und/oder Duftstoffen frei sein. Diese Bestandteile sind insbesondere deswegen nicht enthalten, weil sie die Trübung und damit das

Erscheinungsbild der Formulierung nachteilig beeinflussen können.

[0072] Beispielsweise sind flüssige Waschmittel, welche, bezogen auf ihr Gesamtgewicht, weniger als 2 Gew.-%, weniger als 1 Gew.-%, bevorzugt weniger als 0,1 Gew.-% und insbesondere keine Enzymzubereitung enthalten, bevorzugt.

[0073] Weiterhin bevorzugt sind flüssige Waschmittel, welche, bezogen auf ihr Gesamtgewicht, weniger als 2 Gew.-%, vorzugsweise weniger als 1 Gew.-%, besonders bevorzugt weniger als 0,1 Gew.-% und insbesondere keinen Duftstoff enthalten.

[0074] In einer alternativen Ausführungsform enthält das flüssige Waschmittel mindestens einen optischen Aufheller, vorzugsweise einen optischen Aufheller von Stilben-Typ. Dieser ist dem flüssigen Waschmittel, bezogen auf dessen Gesamtgewicht, in einer Menge oberhalb 0 Gew.-%, vorzugsweise aber in einer Menge unterhalb 1 Gew.-% besonders bevorzugt in einer Menge unterhalb 0,6 Gew.-% enthalten. Aufheller vom Stilben-Typ für den Einsatz in dem flüssigen Waschmittel sind vorzugsweise ausgewählt aus der Gruppe Triazinyl-Derivate von 4,4'-Diamino-2,2'-stilbensulfonsäure. Die wirtschaftlich bedeutendsten Stilbenderivate sind DAS1 (Dinatrium-4,4-bis[(4-anilino-6-morpholino-1,3,5-triazin-2-yl)amino]-stilben-2,2-disulfonat) und DSBP (Dinatrium-4,4-bis(2-sulfoäthyl)-biphenyl).

[0075] Alternativ oder zusätzlich kann das flüssige, Tensid-haltige Waschmittel mindestens einen roten, blauen oder violetten Farbstoff umfassen. Dieser ist in dem flüssigen Waschmittel, bezogen auf dessen Gesamtgewicht, in einer Menge oberhalb 0 Gew.-%, vorzugsweise aber in einer Menge unterhalb 0,1 Gew.-%, besonders bevorzugt unterhalb 0,02 Gew.-%, beispielsweise zwischen 0,001 und 0,01 Gew.-%, enthalten. Ein solcher Farbstoff dient beispielsweise dem Zweck eine mögliche gelbliche Tönung der Zubereitung zu überdecken.

[0076] Zur Gruppe der geeigneten Farbstoffe zählen die Farbstoffe, die Farbstoff-Ton-Konjugate, die Pigmente und die Photobleichmittel. Geeignete Farbstoffe umfassen wiederum niedermolekulare Farbstoffe und Polymerfarbstoffe.

[0077] In einer bevorzugten Ausführungsform ist der Farbstoff ausgewählt aus der Gruppe der niedermolekularen Farbstoffe. Zu den geeigneten niedermolekularen Farbstoffen zählen Farbstoffe, welche in die Farbindex-(CI)-Klassifikationen Direct Blue, Direct Red, Direct Violet, Acid Blue, Acid Red, Acid Violet, Basic Blue, Basic Red and Basic Violet fallen. Beispielhafte niedermolekulare Farbstoffe sind Direct Violet 9, Direct Violet 35, Direct Violet 48, Direct Violet 51, Direct Violet 66, Direct Violet 99, Direct Blue 1, Direct Blue 71, Direct Blue 80, Direct Blue 279, Acid Red 17, Acid Red 73, Acid Red 88, Acid Red 150, Acid Violet 15, Acid Violet 17, Acid Violet 24, Acid Violet 43, Acid Red 52, Acid Violet 49, Acid Blue 15, Acid Blue 17, Acid Blue 25, Acid Blue 29, Acid Blue 40, Acid Blue 45, Acid Blue 75, Acid Blue 80, Acid Blue 83, Acid Blue 90 und Acid Blue 113, Acid Black 1, Basic Violet 1, Basic Violet 3, Basic Violet 4, Basic Violet 10, Violet 35, Basic Blue 3, Basic Blue 16, Basic Blue 22, Basic Blue 47, Basic Blue 66, Basic Blue 75, Basic Blue 159 und Mischungen davon.

[0078] In einer alternativen Ausführungsform ist der Farbstoff ausgewählt aus der Gruppe der polymeren Farbstoffe. Geeignete Polymerfarbstoffe umfassen konjugierte Chromogene (Farbstoff-Polymer-Konjugate) und Polymere, in deren Grundgerüst Chromogene einpolymerisiert sind. Zur Gruppe dieser polymeren Farbstoffe zählen beispielsweise unter der Bezeichnung Liquitint® kommerziell erhältlichen Farbstoffe wie Liquitint® Violet CT, mit CMC konjugiertes CI Reactive Blue 19 mit dem Produktnamen AZO-CM-Cellulose, alkoxylierte polymere Triphenylmethan-Farbstoffe oder alkoxylierte polymere Thiphenfarbstoffe.

[0079] In einer weiteren alternativen Ausführungsform wird als Farbstoff ein Farbstoff-Ton-Konjugat eingesetzt. Die Gruppe dieser Farbstoffe umfasst u.a. Konjugate aus Smektit-Ton oder Montmorillonit-ton oder Hectorit-Ton oder Saponit-Ton mit einem kationischen/basischen Farbstoff aus der Gruppe C.I. Basic Yellow 1 bis 108, C.I. Basic Orange 1 bis 69, C.I. Basic Red 1 bis 118, C.I. Basic Violet 1 bis 51, C.I. Basic Blue 1 bis 164, C.I. Basic Green 1 bis 14, C.I. Basic Brown 1 bis 23, CI Basic Black 1 bis 11. Insbesondere umfasst diese Gruppe der Farbstoffe Montmorillonit Basic Blue B7 C.I. 42595-Konjugat, Montmorillonit Basic Blue B9 C.I. 52015 Konjugat, Montmorillonit Basic Violet V3 C.I. 42555-Konjugat, Montmorillonit Basic Green G1 C.I. 42040-Konjugat, Montmorillonit Basic Red R1 C.I. 45160-Konjugat, Montmorillonit C.I. Basic Black 2-Konjugat, Hectorit Basic Blue B7 C.I. 42595-Konjugat, Hectorit Basic Blue B9 C.I. 52015-Konjugat, Hectorit Basic Violet V3 C.I. 42555-Konjugat, Hectorit Basic Green G1 C.I. 42040-Konjugat, Hectorit Basic Red R1 C.I. 45160-Konjugat, Hectorit C.I. Basic Black 2-Konjugat, Saponit Basic Blue B7 C.I. 42595-Konjugat, Saponit Basic Blue B9 C.I. 52015 Konjugat, Saponit Basic Violet V3 C.I. 42555-Konjugat, Saponit Basic Green G1 C.I. 42040-Konjugat, Saponit Basic Red R1 C.I. 45160-Konjugat, Saponit C.I. Basic Black 2-Konjugat und Mischungen davon.

[0080] Eine weitere Gruppe alternativer Farbstoffe bilden die Pigmente, insbesondere Pigmente ausgewählt aus der Gruppe Flavanthron, Indanthron, chloriertem Indanthron mit 1 bis 4 Chloratomen, Pyranthron, Dichlorpyranthron, Monobromdichlorpyranthron, Dibromdichlorpyranthron, Tetrabrompyranthron, Ultramarinblau (C.I. Pigment Blue 29) und Ultramarinviolett (C.I. Pigmentviolett 15).

[0081] Als technisch besonders vorteilhaft hat sich der Einsatz von Farbstoffen aus der Gruppe der Photobleichmittel, insbesondere von Photobleichmittel aus der Gruppe der Phtalocyaninsulfonate erwiesen. Geeignete Photobleichmittel sind beispielsweise Aluminiumphthalocyaninsulfonat oder Zinkphthalocyaninsulfonat oder deren Mischungen, wie sie unter der Bezeichnung Tinolux® kommerziell erhältlich sind.

[0082] In einer bevorzugten Verfahrensvariante wird das flüssige Tensid-haltige Waschmittel im Anschluss an Schritt

e) oder Schritt f) unter Ausbildung einer Waschmittelportionseinheit in einem wasserlöslichen Film eingeschlossen wird.
[0083] Bevorzugt ist es, den wasserlöslichen Film in einer Tiefziehapparatur umzuformen und mit dem flüssigen Waschmittel zu einer Waschmittelportionseinheit zu kombinieren.

[0084] Der wasserlösliche Film, in welche das flüssige Waschmittel verpackt ist, kann ein oder mehrere strukturell verschiedene wasserlösliche(s) Polymer(e) umfassen. Als wasserlösliche(s) Polymer(e) eignen sich insbesondere Polymere aus der Gruppe (gegebenenfalls acetalisierter) Polyvinylalkohole (PVAL) sowie deren Copolymere.

[0085] Wasserlösliche Folien zur Herstellung der wasserlöslichen Umhüllung basieren bevorzugt auf einem Polyvinylalkohol oder einem Polyvinylalkoholcopolymer, dessen Molekulargewicht im Bereich von 10.000 bis 1.000.000 g/mol⁻¹, vorzugsweise von 20.000 bis 500.000 g/mol⁻¹, besonders bevorzugt von 30.000 bis 100.000 g/mol⁻¹ und insbesondere von 40.000 bis 80.000 g/mol⁻¹ liegt.

[0086] Die Herstellung der Polyvinylalkohol und Polyvinylalkoholcopolymere schließt in der Regel die Hydrolyse intermediären Polyvinylacetats ein. Bevorzugte Polyvinylalkohole und Polyvinylalkoholcopolymere weisen einen Hydrolysegrad 70 bis 100 Mol-%, vorzugsweise 80 bis 90 Mol-%, besonders bevorzugt 81 bis 89 Mol-% und insbesondere 82 bis 88 Mol-% auf.

[0087] Bevorzugte Polyvinylalkoholcopolymere umfassen neben Vinylalkohol eine ethylenisch ungesättigte Carbonsäure, deren Salz oder deren Ester. Besonders bevorzugt enthalten solche Polyvinylalkoholcopolymere neben Vinylalkohol Sulfonsäuren wie die 2-Acrylamido-2-methyl-1-propan-sulfonsäure (AMPS), Acrylsäure, Methacrylsäure, Acrylsäureester, Methacrylsäureester oder Mischungen daraus; unter den Estern sind C₁₋₄-Alkylester oder -Hydroxyalkylester bevorzugt. Als weitere Monomere kommen ethylenisch ungesättigte Dicarbonsäuren, beispielsweise Itaconsäure, Maleinsäure, Fumarsäure und Mischungen daraus in Betracht.

[0088] Geeignete wasserlösliche Folien werden beispielsweise von der Firma MonoSol LLC unter der Bezeichnung M8630, M8720, M8310, C8400 oder M8900 vertrieben. Andere geeignete Folien umfassen Folien mit der Bezeichnung Solublon® PT, Solublon® GA, Solublon® KC oder Solublon® KL von der Aicello Chemical Europe GmbH oder die Folien VF-HP von Kuraray.

[0089] Die wasserlöslichen Filme können als weitere Inhaltsstoffe zusätzliche Wirk- oder Füllstoffe aber auch Weichmacher und/oder Lösungsmittel, insbesondere Wasser, enthalten.

[0090] Zur Gruppe der weiteren Wirkstoffe zählen dabei beispielsweise Materialien, welche die von dem Folienmaterial umschlossenen Inhaltsstoffe der Zubereitung (A) vor Zersetzung oder Desaktivierung durch Lichteinstrahlung schützen. Als besonders geeignet haben sich hier Antioxidantien, UV-Absorber und Fluoreszenzfarbstoffe erwiesen.

[0091] Als Weichmacher können beispielsweise Glycerin, Ethylenglycol, Diethylenglycol, Propandiol, 2-Methyl-1,3-propandiol, Sorbit oder deren Gemische eingesetzt werden.

[0092] Zur Verminderung ihrer Reibungskoeffizienten kann die Oberfläche des wasserlöslichen Films optional mit feinem Pulver abgepulvert werden. Natriumaluminosilicat, Siliciumdioxid, Talk und Amylose sind Beispiele für geeignete Pudermittel.

[0093] Bevorzugt ist es insbesondere, das flüssige Tensid-haltige Waschmittel im Anschluss an Schritt c) unter Ausbildung einer Waschmittelportionseinheit mit mehreren Aufnahmekammern in einem wasserlöslichen Film einzuschließen.

[0094] Die mehreren Aufnahmekammern der Waschmittelportionseinheit können räumlich nebeneinander oder übereinander (gestapelt) angeordnet sein. Während das erfindungsgemäße Verfahren grundsätzlich zur Herstellung von beiderlei Ausgestaltung einsetzbar ist, machen sich die technischen Vorteile des erfindungsgemäßen Verfahrens bei der Herstellung von Waschmittelportionseinheiten mit nebeneinander angeordneten Aufnahmekammern besonders bemerkbar. Einerseits erlauben die spezifischen rheologischen Eigenschaften des flüssigen Waschmittels die schnelle und vertropfungsfreie Dosierung auch in kleinste Kavitäten, andererseits steigert die horizontale Anordnung der Aufnahmekammern die Wahrnehmbarkeit des flüssigen Waschmittels.

[0095] Diese technischen Vorteile werden insbesondere bei solchen Verfahren augenfällig, bei denen Waschmittelportionseinheiten mit einander wenigstens anteilsweise umschließenden Aufnahmekammern hergestellt werden. In bevorzugten Ausführungsformen des Verfahrens weist die Waschmittelportionseinheit mindestens zwei Aufnahmekammern auf, welche einander wenigstens anteilsweise umschließen. Ganz besonders bevorzugt ist es weiterhin, wenn die Waschmittelportionseinheit mindestens eine weitere Aufnahmekammern aufweist, welche mit einer farbigen Waschmittelzubereitung befüllt ist.

[0096] Eine mittels des erfindungsgemäßen Verfahrens herstellbare, beispielhafte bevorzugte Waschmittelportionseinheit weist mindestens zwei Aufnahmekammern auf, welche von einem wasserlöslichen Film umgeben sind, wobei eine Aufnahmekammer mit dem flüssigen Tensid-haltigen Waschmittel befüllt ist und die weitere Aufnahmekammer mit einem zweiten, von dem flüssigen Tensid-haltigen Waschmittel verschiedenen farbigen Waschmittel befüllt ist.

[0097] Eine weitere beispielhafte bevorzugte Waschmittelportionseinheit umfasst mindestens drei Aufnahmekammern, welche von einem wasserlöslichen Film umgeben sind, wobei eine Aufnahmekammer mit dem flüssigen Tensid-haltigen Waschmittel befüllt ist und mindestens zwei weitere Aufnahmekammern voneinander getrennt mit einem zweiten und einem dritten voneinander und von dem flüssigen Tensid-haltigen Waschmittel verschiedenen Waschmittel befüllt

sind.

[0098] In einer alternativen Ausführungsform weist Waschmittelportionseinheit mindestens vier Aufnahmekammern auf, welche von einem wasserlöslichen Film umgeben sind, wobei eine Aufnahmekammer mit dem flüssigen Tensid-haltigen Waschmittel befüllt ist und die weiteren drei Aufnahmekammern voneinander getrennt mit einem zweiten und einem dritten und einem vierten voneinander und von dem ersten flüssigen Tensid-haltigen Waschmittel verschiedenen farbigen Waschmittel befüllt sind.

[0099] Durch diese Anmeldung werden u.a. die folgenden Gegenstände bereitgestellt:

1. Verfahren zur Herstellung eines flüssigen, Tensid-haltigen Waschmittels, enthaltend

- i) 20 bis 80 Gew.-% Tensid;
- ii) 2 bis 15 Gew.-% Fettsäure;
- iii) 0,3 bis 8 Gew.-% Salz eines zweiwertigen Kations;
- iv) 8 bis 35 Gew.-% Lösungsmittel;

umfassend die Schritte:

- a) Bereitstellen einer ersten flüssigen Zusammensetzung, enthaltend Tensid, Fettsäure und Lösungsmittel und Einleiten der ersten flüssigen Zusammensetzung in eine Hauptleitung;
- b) Einbringen des Salzes eines zweiwertigen Kations in die flüssige Zusammensetzung, unter Ausbildung einer Salz-haltigen Zusammensetzung;
- c) Mischen der Salz-haltigen Zusammensetzung mittels eines ersten dynamischen Mischers unter Ausbildung einer ersten Produktstufe;
- d) Zwischenlagerung der ersten Produktstufe in einem Zwischenlagerbehälter;
- e) Mischen der zwischengelagerten ersten Produktstufe in einem zweiten dynamischen Mischer unter Ausbildung einer zweiten Produktstufe.

2. Verfahren nach Punkt 1, wobei die Bereitstellung der ersten flüssigen Zusammensetzung diskontinuierlich erfolgt.

3. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei die erste flüssigen Zusammensetzung aus einem Pufferbehälter kontinuierlich in eine Hauptleitung eingeleitet wird.

4. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei das Salz eines zweiwertigen Kations in Schritt b) ausgewählt ist aus der Gruppe der anorganischen Salze.

5. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei das Salz eines zweiwertigen Kations in Schritt b) in Form einer wässrigen Lösung in die flüssige Zusammensetzung eingebracht wird und das Salz ausgewählt ist aus der Gruppe der anorganischen Salze der zweiwertigen metallischen Kationen, insbesondere der Magnesium- und Calciumsalze, vorzugsweise aus der Gruppe Magnesiumchlorid, Magnesiumsulfat, Calciumchlorid und Calciumsulfat, insbesondere aus der Gruppe Magnesiumchlorid und Calciumchlorid, ganz besonders bevorzugt Calciumchlorid.

6. Verfahren nach Punkt 5, wobei das anorganische Salz eines zweiwertigen Kations in Schritt b) in Form einer alkalischen wässrigen Lösung, in die flüssige Zusammensetzung eingebracht wird.

7. Verfahren nach einem der Punkte 5 oder 6, wobei die wässrige Lösung des anorganischen Salzes eines zweiwertigen Kations eine Salzkonzentration von 200 bis 800 g/l, vorzugsweise von 250 bis 600 g/l aufweist.

8. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei das Salz eines zweiwertigen Kations in Schritt b) ausgewählt ist aus der Gruppe der organischen Salze.

9. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei das Salz eines zweiwertigen Kations in Schritt b) in Form einer Dispersion in die flüssige Zusammensetzung eingebracht wird und das Salz ausgewählt ist aus der Gruppe der organischen Salze der zweiwertigen metallischen Kationen, insbesondere der Magnesium- und Calciumsalze, vorzugsweise aus der Gruppe Fettsäuresalze von Magnesium- und Calcium, insbesondere der Fettsäuresalze von Calcium.

10. Verfahren nach Punkt 9, wobei das Salz des zweiwertigen Kations ausgewählt ist aus der Gruppe der Calciumsalze der Caprylsäure, Caprinsäure, Laurinsäure, Myristinsäure, Palmitinsäure, Stearinsäure, Ölsäure, Linolsäure

und deren Mischungen, insbesondere aus der Gruppe der Calciumstearate.

11. Verfahren nach einem der Punkte 9 oder 10, wobei das organische Salz eines zweiwertigen Kations in Schritt b) in Form einer alkalischen wässrigen Dispersion in die flüssige Zusammensetzung eingebracht wird.

12. Verfahren nach einem der Punkte 9 bis 11, wobei die Dispersion des organischen Salzes eines zweiwertigen Kations eine Salzkonzentration von 200 bis 800 g/l, vorzugsweise von 250 bis 600 g/l aufweist.

13. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei das Salz eines zweiwertigen Kations in Schritt b) anorganisches Salz und organisches Salz, vorzugsweise Calciumchlorid und Calciumstearat umfasst.

14. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei das Salz eines zweiwertigen Kations in Schritt b) über eine Nebenleitung kontinuierlich in die Hauptleitung eingebracht wird und die Austrittsöffnung der Nebenleitung vorzugsweise im Wirkungsbereich des ersten dynamischen Mischers liegt.

15. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei das Salz eines zweiwertigen Kations anorganisches Salz eines zweiwertigen Kations und organisches Salz eines zweiwertigen Kations umfasst und das anorganische Salz eines zweiwertigen Kations und das organische Salz eines zweiwertigen Kations in Schritt b) über getrennte Nebenleitungen kontinuierlich in die Hauptleitung eingebracht werden und die Austrittsöffnung der Nebenleitungen vorzugsweise im Wirkungsbereich des ersten dynamischen Mischers liegen.

16. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei das Salz eines zweiwertigen Kations anorganisches Salz eines zweiwertigen Kations und organisches Salz eines zweiwertigen Kations umfasst und das anorganische Salz eines zweiwertigen Kations und das organische Salz eines zweiwertigen Kations in Schritt b) über getrennte Nebenleitungen zeitgleich in die Hauptleitung eingebracht werden und die Austrittsöffnung der Nebenleitungen vorzugsweise im Wirkungsbereich des ersten dynamischen Mischers liegen.

17. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei das Salz eines zweiwertigen Kations anorganisches Salz eines zweiwertigen Kations und organisches Salz eines zweiwertigen Kations umfasst und das anorganische Salz eines zweiwertigen Kations und das organische Salz eines zweiwertigen Kations in Schritt b) als Mischung über eine Nebenleitung kontinuierlich in die Hauptleitung eingebracht werden und die Austrittsöffnung der Nebenleitung vorzugsweise im Wirkungsbereich des ersten dynamischen Mischers liegt.

18. Verfahren nach einem der Punkte 13 bis 17, wobei das Stoffmengenverhältnis des in Schritt b) in Form eines anorganischen Salzes eines zweiwertigen Kations eingebrachten Salzes zu dem in Schritt b) in Form eines organischen Salzes eines zweiwertigen Kations eingebrachten Salzes 1:10 bis 10:1, bevorzugt 1:6 bis 6:1 und insbesondere 1:3 bis 3:1 beträgt.

19. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei das Mischen der Salz-haltigen Zusammensetzung in Schritt c) kontinuierlich erfolgt.

20. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei das Mischen der Salz-haltigen Zusammensetzung in Schritt c) für eine Zeitdauer von 0,5 bis 20 Sekunden, vorzugsweise von 2 bis 12 Sekunden erfolgt.

21. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei das Mischen der Salz-haltigen Zusammensetzung in Schritt c) mit einem Energieeintrag von 600 bis 2000 kW/m³, vorzugsweise von 900 bis 1400 kW/m³ erfolgt.

22. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei das Mischen der Salz-haltigen Zusammensetzung in Schritt c) mit einer Scherrate von 2000 bis 12000 s⁻¹, vorzugsweise von 6000 bis 9000 s⁻¹ erfolgt.

23. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei die Zwischenlagerung in Schritt d) für einen Zeitraum von 0,1 bis 50 Stunden, vorzugsweise von 3 bis 25 Stunden erfolgt.

24. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei die erste Produktstufe bei der Zwischenlagerung in Schritt d) eine Temperatur von 15 bis 30 °C, vorzugsweise von 18 bis 25 °C aufweist.

25. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei die erste Produktstufe bei der Zwischenlagerung in Schritt d) gerührt wird.

EP 4 474 454 A1

26. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei das Mischen der zwischengelagerten ersten Produktstufe in Schritt e) kontinuierlich erfolgt.

27. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei das Mischen der zwischengelagerten ersten Produktstufe in Schritt e) für eine Zeitdauer von 0,5 bis 20 Sekunden, vorzugsweise von 2 bis 12 Sekunden erfolgt.

28. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei das Mischen der zwischengelagerten ersten Produktstufe in Schritt e) mit einem Energieeintrag von 600 bis 2000 kW/m³, vorzugsweise von 900 bis 1400 kW/m³ erfolgt.

29. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei das Mischen der zwischengelagerten ersten Produktstufe in Schritt e) mit einer Scherrate von 2000 bis 12000 s⁻¹, vorzugsweise von 6000 bis 9000 s⁻¹ erfolgt.

30. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei der in Verfahrensschritt e) erhaltenen zweiten Produktstufe nachfolgend kein weiterer Inhaltsstoff zugefügt wird.

31. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei die zweite Produktstufe im Anschluss an Schritt e) in einem weiteren Schritt f) gelagert wird.

32. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei die zweite Produktstufe im Anschluss an Schritt e) in einem weiteren Schritt f) für einen Zeitraum von mehr als 0,5 Stunden, vorzugsweise von mehr als 6 Stunden und insbesondere von mehr als 24 Stunden gelagert wird.

33. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei die zweite Produktstufe im Anschluss an Schritt e) in einem weiteren Schritt f) für einen Zeitraum von weniger als 120 Stunden, vorzugsweise von weniger als 24 Stunden und insbesondere von weniger als 2 Stunden gelagert wird.

34. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei die zweite Produktstufe im Anschluss an Schritt e) in einem weiteren Schritt f) gelagert wird und die zweite Produktstufe bei der Lagerung eine Temperatur von 18 bis 29°C und insbesondere von 20 bis 24°C aufweist.

35. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei die zweite Produktstufe im Anschluss an Schritt e) eine Viskosität (20°C, Brookfield Viskosimeter Model DV2T, Spindel Nr. 31, 12 rpm) von 400 bis 2000 mPas, vorzugsweise von 1000 bis 1700 mPas aufweist.

36. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei die zweite Produktstufe im Anschluss an Schritt e) eine Fließgrenze (TA Instruments Rotationsrheometer AR 2000, 20°C, 40 mm parallel plate, Peltier plate Steel) oberhalb 0,1 Pa, vorzugsweise oberhalb 0,3 Pa aufweist.

37. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei die zweite Produktstufe im Anschluss an Schritt e) eine Trübung (HACH Turbidimeter 2100Q, 20°C, 10 ml Küvette) oberhalb 60 NTU, vorzugsweise oberhalb 100 NTU und insbesondere oberhalb 400 NTU aufweist.

38. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei die zweite Produktstufe im Anschluss an Schritt e) lamellare Sphärolite, vorzugsweise mit einem maximalen Durchmesser von 10 bis 100 µm, besonders bevorzugt mit einem maximalen Durchmesser von 25 bis 50 µm enthält.

39. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei das flüssige, Tensid-haltige Waschmittel, bezogen auf sein Gesamtgewicht, 30 bis 75 Gew.-%, vorzugsweise 40 bis 70 Gew.-% Tensid enthält.

40. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei das flüssige, Tensid-haltige Waschmittel, bezogen auf sein Gesamtgewicht 20 bis 60 Gew.-%, vorzugsweise 25 bis 50 Gew.-% anionisches Tensid enthält.

41. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei als Tensid mindestens ein anionisches Tensid, bevorzugt mindestens ein anionisches Tensid aus der Gruppe bestehend aus C₈₋₁₈-Alkylbenzolsulfonaten, C₈₋₁₈-Olefin-sulfonaten, C₁₂₋₁₈-Alkylsulfonaten, C₈₋₁₈-Estersulfonaten, C₈₋₁₈-Alkylsulfaten, C₈₋₁₈-Alkenylsulfaten, Fettalkoholethersulfaten, insbesondere mindestens ein anionisches Tensid aus der Gruppe der C₈₋₁₈-Alkylbenzolsulfonate enthalten ist.

EP 4 474 454 A1

42. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei das flüssige, Tensid-haltige Waschmittel, bezogen auf sein Gesamtgewicht 4 bis 12 Gew.-%, vorzugsweise 6 bis 10 Gew.-% Fettsäure enthält.

43. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei die Fettsäure ausgewählt ist aus der Gruppe Caprylsäure, Caprinsäure, Laurinsäure, Myristinsäure, Palmitinsäure, Stearinsäure, Ölsäure, Linolsäure und deren Mischungen.

44. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei das flüssige, Tensid-haltige Waschmittel, bezogen auf sein Gesamtgewicht, 0,4 bis 6 Gew.-%, vorzugsweise 0,5 bis 4 Gew.-% Salz eines zweiwertigen Kations enthält.

45. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei das flüssige, Tensid-haltige Waschmittel, bezogen auf sein Gesamtgewicht,

i) 20 bis 80 Gew.-% Tensid einschließlich 20 bis 50 Gew.-% anionisches Tensid;

ii) 4 bis 12 Gew.-% Fettsäure;

iii) 0,5 bis 4 Gew.-% Salz eines zweiwertigen metallischen Kations;

iv) 8 bis 35 Gew.-% Lösungsmittel enthält.

46. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei das flüssige, Tensid-haltige Waschmittel, bezogen auf sein Gesamtgewicht 12 bis 32 Gew.-%, vorzugsweise 15 bis 30 Gew.-% Lösungsmittel enthält.

47. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei das flüssige, Tensid-haltige Waschmittel, bezogen auf sein Gesamtgewicht, 7 bis 20 Gew.-%, vorzugsweise 10 bis 18 Gew.-% organisches Lösungsmittel enthält.

48. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei das organische Lösungsmittel ausgewählt ist aus der Gruppe Ethanol, n-Propanol, i-Propanol, Butanolen, Glykol, Propandiol, Butandiol, Methylpropandiol, Glycerin, Diglykol, Propyldiglykol, Butyldiglykol, Hexylenglykol, Ethylenglykolmethylether, Ethylenglykolethylether, Ethylenglykolpropylether, Ethylenglykolmono-n-butylether, Diethylenglykolmethylether, Diethylenglykolethylether, Propylenglykolmethylether, Propylenglykolethylether, Propylenglykolpropylether, Dipropylenglykolmonomethylether, Dipropylenglykolmonoethylether, Methoxytriglykol, Ethoxytriglykol, Butoxytriglykol, 1-Butoxyethoxy-2-propanol, 3-Methyl-3-methoxybutanol, Propylen-glykol-t-butylether, Di-n-octylether sowie deren Mischungen, vorzugsweise aus der Gruppe Propandiol, Glycerin und deren Mischungen.

49. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei das flüssige, Tensid-haltige Waschmittel, bezogen auf sein Gesamtgewicht, weniger als 18 Gew.-%, vorzugsweise weniger als 15 Gew.-% Wasser enthält.

50. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei das flüssige, Tensid-haltige Waschmittel, bezogen auf sein Gesamtgewicht 12 bis 30 Gew.-%, vorzugsweise 15 bis 25 Gew.-% nichtionisches Tensid umfasst.

51. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei als Tensid mindestens ein nichtionisches Tensid aus der Gruppe der ethoxylierten primären C₈₋₁₈-Alkohole, vorzugsweise der ethoxylierten primären C₈₋₁₈-Alkohole mit einem Alkoxyierungsgrad ≥ 4 , besonders bevorzugt der C₁₂₋₁₄-Alkohole mit 4 EO oder 7 EO, der C₉₋₁₁-Alkohole mit 7 EO, der C₁₃₋₁₅-Alkohole mit 5 EO, 7 EO oder 8 EO, der C₁₃₋₁₅-Oxoalkohole mit 7 EO, der C₁₂₋₁₈-Alkohole mit 5 EO oder 7 EO, insbesondere der C₁₂₋₁₈-Fettalkohole mit 7 EO oder der C₁₃₋₁₅-Oxoalkohole mit 7 EO enthalten ist.

52. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei in Schritt b) ein nichtionisches Co-Tensid der Gruppe bestehend aus alkoxylierten C₈-C₁₈-Fettalkoholen mit einem Alkoxyierungsgrad ≤ 3 , aliphatischen C₆-C₁₄-Alkoholen, aromatischen C₆-C₁₄-Alkoholen, aliphatischen C₆-C₁₂-Dialkoholen, Monoglyceride von C₁₂-C₁₈-Fettsäuren, Monoglycerinether von C₈-C₁₈-Fettalkoholen und Mischungen daraus enthält, vorzugsweise aus der Gruppe bestehend aus alkoxylierten C₈-C₁₈-Fettalkoholen mit einem Alkoxyierungsgrad ≤ 3 eingebracht wird.

53. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei in Schritt b) ein nichtionisches Co-Tensid der Gruppe bestehend aus alkoxylierten C₈-C₁₈-Fettalkoholen mit einem Alkoxyierungsgrad ≤ 3 , aliphatischen C₆-C₁₄-Alkoholen, aromatischen C₆-C₁₄-Alkoholen, aliphatischen C₆-C₁₂-Dialkoholen, Monoglyceride von C₁₂-C₁₈-Fettsäuren, Monoglycerinether von C₈-C₁₈-Fettalkoholen und Mischungen daraus enthält, vorzugsweise aus der Gruppe bestehend aus alkoxylierten C₈-C₁₈-Fettalkoholen mit einem Alkoxyierungsgrad ≤ 3 über eine Nebenleitung kontinuierlich in die Hauptleitung eingebracht wird und die Austrittsöffnung der Nebenleitung vorzugsweise im Wirkungsbereich des ersten dynamischen Mischers liegt.

54. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei das flüssige, Tensid-haltige Waschmittel anionisches Tensid und nichtionisches Tensid in einem Gewichtsverhältnis von 3:1 bis 1:2, vorzugsweise von 2:1 bis 1:1,5 und insbesondere von 1,4:1 bis 1:1 enthält.

55. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei das flüssige, Tensid-haltige Waschmittel, bezogen auf sein Gesamtgewicht, weiterhin

vi) 0,5 bis 5 Gew.-% eines Co-Tensids ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus alkoxylierten C₈-C₁₈-Fettalkoholen mit einem Alkoxylierungsgrad ≤ 3 , aliphatischen C₆-C₁₄-Alkoholen, aromatischen C₆-C₁₄-Alkoholen, aliphatischen C₆-C₁₂-Dialkoholen, Monoglyceride von C₁₂-C₁₈-Fettsäuren, Monoglycerinether von C₈-C₁₈-Fettalkoholen und Mischungen daraus enthält, vorzugsweise aus der Gruppe bestehend aus alkoxylierten C₈-C₁₈-Fettalkoholen mit einem Alkoxylierungsgrad ≤ 3 .

56. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei das flüssige, Tensid-haltige Waschmittel, bezogen auf sein Gesamtgewicht,

i) 20 bis 50 Gew.-% anionisches Tensid sowie 12 bis 30 Gew.-% nichtionisches Tensid;

ii) 4 bis 12 Gew.-% Fettsäure;

iii) 0,5 bis 4 Gew.-% Salz eines zweiwertigen metallischen Kations;

iv) 8 bis 35 Gew.-% Lösungsmittel

vi) 0,5 bis 5 Gew.-% eines von dem nichtionischen Tensid verschiedenen Co-Tensids ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus alkoxylierten C₈-C₁₈-Fettalkoholen mit einem Alkoxylierungsgrad ≤ 3 , aliphatischen C₆-C₁₄-Alkoholen, aromatischen C₆-C₁₄-Alkoholen, aliphatischen C₆-C₁₂-Dialkoholen, Monoglyceride von C₁₂-C₁₈-Fettsäuren, Monoglycerinether von C₈-C₁₈-Fettalkoholen und Mischungen daraus, vorzugsweise aus der Gruppe bestehend aus alkoxylierten C₈-C₁₈-Fettalkoholen mit einem Alkoxylierungsgrad ≤ 3 enthält.

57. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei flüssige, Tensid-haltige Waschmittel keine organischen Trübungsmittel, insbesondere kein Styrol-Acrylat Copolymer enthält.

58. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei das flüssige, Tensid-haltige Waschmittel, bezogen auf sein Gesamtgewicht, einen roten, blauen oder violetten Farbstoff in Mengen unterhalb 0,1 Gew.-%, vorzugsweise unterhalb 0,02 Gew.-% enthält.

59. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei das flüssige Tensid-haltige Waschmittel im Anschluss an Schritt e) oder Schritt f) unter Ausbildung einer Waschmittelportionseinheit in einem wasserlöslichen Film eingeschlossen wird.

60. Verfahren nach Punkt 59, wobei die Waschmittelportionseinheit mindestens zwei Aufnahmekammern aufweist, welche von einem wasserlöslichen Film umgeben sind, wobei eine Aufnahmekammer mit dem flüssigen Tensid-haltigen Waschmittel befüllt ist und die weitere Aufnahmekammer mit einem zweiten, von dem flüssigen Tensid-haltigen Waschmittel verschiedenen farbigen Waschmittel befüllt ist.

61. Verfahren nach Punkt 59, wobei die Waschmittelportionseinheit mindestens drei Aufnahmekammern aufweist, welche von einem wasserlöslichen Film umgeben sind, wobei eine Aufnahmekammer mit dem flüssigen Tensid-haltigen Waschmittel befüllt ist und mit die weiteren zwei Aufnahmekammern voneinander getrennt mit einem zweiten und einem dritten voneinander und von dem flüssigen Tensid-haltigen Waschmittel verschiedenen Waschmittel befüllt sind.

62. Verfahren nach Punkt 59, wobei die Waschmittelportionseinheit mindestens vier Aufnahmekammern aufweist, welche von einem wasserlöslichen Film umgeben sind, wobei eine Aufnahmekammer mit dem flüssigen Tensid-haltigen Waschmittel befüllt ist und die weiteren drei Aufnahmekammern voneinander getrennt mit einem zweiten und einem dritten und einem vierten voneinander und von dem ersten flüssigen Tensid-haltigen Waschmittel verschiedenen farbigen Waschmittel befüllt sind.

Beispiele

[0100] Ein flüssiges, Tensid-haltiges Waschmittel der nachfolgenden Zusammensetzung wurde mittels des erfindungsgemäßen Verfahrens hergestellt.

Inhaltsstoff	Gew.-%
Monoethanoamin-C ₈₋₁₈ -Alkylbenzolsulfonat	24
C ₁₂₋₁₈ -Fettalkohol 7 EO	24
Fettsäure	7,5
Phosphonat	1,4
waschaktives Polymer	9,3
Calciumstearat in Wasser (50%)	3,6
C ₈ -C ₁₈ -Fettalkohol 2EO	1,0
organisches Lösungsmittel	15
Wasser	9
Misc	

[0101] Das flüssige, Tensid-haltige Waschmittel zeichnet sich auch nach Lagerung bei 22°C über einen Zeitraum von 120 Stunden durch eine stabile Viskosität (20°C, Brookfield Viskosimeter Model DV2T, Spindel Nr. 31, 12 rpm) im Bereich von 1200 bis 1440 mPas aus. Diese zeitlich stabile Viskosität wird im Vergleich zu einem herkömmlichen Verfahren durch den Einsatz eines zweiten dynamischen Mischers in Schritt e) des Verfahrens erreicht. Ohne den Einsatz dieses zweiten Mischvorgangs in Verfahrensschritt e) steigt die Viskosität (20°C, Brookfield Viskosimeter Model DV2T, Spindel Nr. 31, 12 rpm) des flüssigen, Tensid-haltigen Waschmittels im Laufe von 24 Stunden von ursprünglich 1300 auf 1960 mPas.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines flüssigen, Tensid-haltigen Waschmittels, enthaltend

- i) 20 bis 80 Gew.-% Tensid;
- ii) 2 bis 15 Gew.-% Fettsäure;
- iii) 0,3 bis 8 Gew.-% Salz eines zweiwertigen Kations;
- iv) 8 bis 35 Gew.-% Lösungsmittel;

umfassend die Schritte:

- a) Bereitstellen einer ersten flüssigen Zusammensetzung, enthaltend Tensid, Fettsäure und Lösungsmittel und Einleiten der ersten flüssigen Zusammensetzung in eine Hauptleitung;
- b) Einbringen des Salzes eines zweiwertigen Kations in die flüssige Zusammensetzung, unter Ausbildung einer Salz-haltigen Zusammensetzung;
- c) Mischen der Salz-haltigen Zusammensetzung mittels eines ersten dynamischen Mischers unter Ausbildung einer ersten Produktstufe;
- d) Zwischenlagerung der ersten Produktstufe in einem Zwischenlagerbehälter;
- e) Mischen der zwischengelagerten ersten Produktstufe in einem zweiten dynamischen Mischer unter Ausbildung einer zweiten Produktstufe.

2. Verfahren nach Anspruch 1, wobei die erste flüssigen Zusammensetzung aus einem Pufferbehälter kontinuierlich in eine Hauptleitung eingeleitet wird.

3. Verfahren nach einem der vorherigen Ansprüche, wobei das Salz eines zweiwertigen Kations in Schritt b) über eine Nebenleitung kontinuierlich in die Hauptleitung eingebracht wird und die Austrittsöffnung der Nebenleitung vorzugsweise im Wirkungsbereich des ersten dynamischen Mischers liegt.

4. Verfahren nach einem der vorherigen Ansprüche, wobei das Salz eines zweiwertigen Kations anorganisches Salz eines zweiwertigen Kations und organisches Salz eines zweiwertigen Kations umfasst und das anorganische Salz

eines zweiwertigen Kations und das organische Salze eines zweiwertigen Kations in Schritt b) über getrennte Nebenleitungen kontinuierlich in die Hauptleitung eingebracht werden und die Austrittsöffnung der Nebenleitungen vorzugsweise im Wirkungsbereich des ersten dynamischen Mischers liegen.

- 5 **5.** Verfahren nach einem der vorherigen Ansprüche, wobei das Salz eines zweiwertigen Kations anorganisches Salz eines zweiwertigen Kations und organisches Salz eines zweiwertigen Kations umfasst und das anorganische Salz eines zweiwertigen Kations und das organische Salze eines zweiwertigen Kations in Schritt b) über getrennte Nebenleitungen zeitgleich in die Hauptleitung eingebracht werden und die Austrittsöffnung der Nebenleitungen vorzugsweise im Wirkungsbereich des ersten dynamischen Mischers liegen.
- 10 **6.** Verfahren nach einem der vorherigen Ansprüche, wobei das Mischen der Salz-haltigen Zusammensetzung in Schritt c) kontinuierlich erfolgt.
- 15 **7.** Verfahren nach einem der vorherigen Ansprüche, wobei das Mischen der Salz-haltigen Zusammensetzung in Schritt c) für eine Zeitdauer von 0,5 bis 20 Sekunden, vorzugsweise von 2 bis 12 Sekunden erfolgt.
- 8.** Verfahren nach einem der vorherigen Ansprüche, wobei das Mischen der Salz-haltigen Zusammensetzung in Schritt c) mit einem Energieeintrag von 600 bis 2000 kW/m³, vorzugsweise von 900 bis 1400 kW/m³ erfolgt.
- 20 **9.** Verfahren nach einem der vorherigen Ansprüche, wobei die erste Produktstufe bei der Zwischenlagerung in Schritt d) eine Temperatur von 15 bis 30 °C, vorzugsweise von 18 bis 25 °C aufweist.
- 10.** Verfahren nach einem der vorherigen Ansprüche, wobei die erste Produktstufe bei der Zwischenlagerung in Schritt d) gerührt wird.
- 25 **11.** Verfahren nach einem der vorherigen Ansprüche, wobei das Mischen der zwischengelagerten ersten Produktstufe in Schritt e) kontinuierlich erfolgt.
- 30 **12.** Verfahren nach einem der vorherigen Ansprüche, wobei das Mischen der zwischengelagerten ersten Produktstufe in Schritt e) für eine Zeitdauer von 0,5 bis 20 Sekunden, vorzugsweise von 2 bis 12 Sekunden erfolgt.
- 13.** Verfahren nach einem der vorherigen Ansprüche, wobei das Mischen der zwischengelagerten ersten Produktstufe in Schritt e) mit einem Energieeintrag von 600 bis 2000 kW/m³, vorzugsweise von 900 bis 1400 kW/m³ erfolgt.
- 35 **14.** Verfahren nach einem der vorherigen Ansprüche, wobei die zweite Produktstufe im Anschluss an Schritt e) in einem weiteren Schritt f) gelagert wird, wobei die zweite Produktstufe bei der Lagerung vorzugsweise eine Temperatur von 18 bis 29°C und insbesondere von 20 bis 24°C aufweist
- 40 **15.** Verfahren nach einem der vorherigen Ansprüche, wobei das flüssige Tensid-haltige Waschmittel im Anschluss an Schritt e) oder Schritt f) unter Ausbildung einer Waschmittelportionseinheit in einem wasserlöslichen Film eingeschlossen wird.



EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung

EP 23 17 7990

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

1

EPO FORM 1503 03.82 (P04C03)

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (IPC)
X	WO 2022/017726 A1 (HENKEL AG & CO KGAA [DE]; HENKEL IP HOLDING GMBH [DE]) 27. Januar 2022 (2022-01-27)	1-3, 6-15	INV. C11D11/00 C11D3/04
Y	* Ansprüche 1, 2, 5; Absätze [0004], [0007]-[0010], [0067] * -----	4, 5, 9, 14	C11D3/20 C11D3/43 C11D10/04
X, D	EP 4 155 374 A1 (HENKEL AG & CO KGAA [DE]) 29. März 2023 (2023-03-29)	1-8, 10-13, 15	
Y	* Absätze [0004], [0007]-[0020], [0074], Ansprüche * -----	4, 5, 9, 14	
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (IPC) C11D
Recherchenort Den Haag		Abschlußdatum der Recherche 27. November 2023	Prüfer Engelskirchen, S
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : nichtschriftliche Offenbarung P : Zwischenliteratur		T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus anderen Gründen angeführtes Dokument & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument	

**ANHANG ZUM EUROPÄISCHEN RECHERCHENBERICHT
ÜBER DIE EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG NR.**

EP 23 17 7990

5 In diesem Anhang sind die Mitglieder der Patentfamilien der im obengenannten europäischen Recherchenbericht angeführten Patentedokumente angegeben.
Die Angaben über die Familienmitglieder entsprechen dem Stand der Datei des Europäischen Patentamts am
Diese Angaben dienen nur zur Unterrichtung und erfolgen ohne Gewähr.

27-11-2023

Im Recherchenbericht angeführtes Patentedokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
WO 2022017726 A1	27-01-2022	EP 4185684 A1	31-05-2023
		US 2022025293 A1	27-01-2022
		WO 2022017726 A1	27-01-2022
EP 4155374 A1	29-03-2023	EP 4155374 A1	29-03-2023
		WO 2023046369 A1	30-03-2023

EPO FORM P0461

Für nähere Einzelheiten zu diesem Anhang : siehe Amtsblatt des Europäischen Patentamts, Nr.12/82

IN DER BESCHREIBUNG AUFGEFÜHRTE DOKUMENTE

Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde ausschließlich zur Information des Lesers aufgenommen und ist nicht Bestandteil des europäischen Patentdokumentes. Sie wurde mit größter Sorgfalt zusammengestellt; das EPA übernimmt jedoch keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.

In der Beschreibung aufgeführte Patentdokumente

- EP 4155374 A1 [0005]