



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11) **EP 1 518 923 A1**

(12) **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

(43) Veröffentlichungstag:
30.03.2005 Patentblatt 2005/13

(51) Int Cl.7: **C11D 17/00**, C11D 3/12,
C11D 1/72, C11D 1/722,
C11D 1/825, C11D 1/835

(21) Anmeldenummer: **04020724.3**

(22) Anmeldetag: **01.09.2004**

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

(72) Erfinder:
• **Borchers, Georg**
61231 Bad Nauheim (DE)
• **Schreiber, Manfred**
65929 Frankfurt am Main (DE)

(30) Priorität: **27.09.2003 DE 10344938**

(74) Vertreter: **Mikulecky, Klaus, Dr. et al**
Clariant Service GmbH
Patente, Marken, Lizenzen
Am Unisys-Park 1
65843 Sulzbach (DE)

(71) Anmelder: **Clariant GmbH**
65929 Frankfurt am Main (DE)

(54) **Tensid-Compounds enthaltend Fettalkoholalkoxylate**

(57) Tensid-Compounds werden beansprucht, die im wesentlichen bestehen aus a) Fettalkoholalkoxylaten, b) amorpher Kieselsäure, c) einem Trägermaterial und gegebenenfalls d) einem Hilfsmittel.

EP 1 518 923 A1

Beschreibung

[0001] Gegenstand der Erfindung sind Compounds, enthaltend Fettalkoholalkoxylate, ein Verfahren zu deren Herstellung, sowie deren Verwendung als oberflächenaktives Mittel.

[0002] Hochverdichtete oder hochkonzentrierte Wasch- und Reinigungsmittelpulver, -pellets oder -tabletten stellen einen wesentlichen Anteil der im Handel erhältlichen Wasch- und Reinigungsmittel dar. Fettalkoholalkoxylate aus der Gruppe der nichtionischen Tenside sind meist zähflüssige bis pastöse Substanzen, die für den Einsatz in feste Mittel in Granulatform überführt werden müssen.

[0003] In der Literatur sind zahlreiche Verfahren beschrieben, nach denen Tensid-Granulate hergestellt werden können. In DE 199 23 627 wird ein Verfahren beschrieben zur Herstellung von Tensidgranulaten, enthaltend nichtionische Tenside, insbesondere alkoxylierte Fettalkohole und weitere Waschmittelbestandteile, das dadurch gekennzeichnet ist, dass feste und flüssige Bestandteile in Gegenwart von Polyalkylenglykol granuliert werden. In WO 97/03165 wird ein Gemisch aus alkoxyliertem Fettalkohol und einem Alkyloligoglycosid in Gegenwart von Zeolithen und/oder Wassergläsern granuliert.

[0004] Die Granulierung von Fettalkoholalkoxylaten, insbesondere bei hohen Tensidgehalten führt in der Regel jedoch zu klebrigen Produkten und entsprechend besitzen die Compounds nur eine eingeschränkte Rieselfähigkeit. Ein weiteres Problem ist die verschlechterte Löslichkeit der relativ stark kompaktierten Teilchen.

[0005] Es bestand daher die Aufgabe Fettalkoholalkoxyl-Compounds mit guten und konstanten Löslichkeiten und guter Rieselfähigkeit auch bei Temperaturbelastung zu Verfügung zu stellen.

[0006] Überraschenderweise wurde gefunden, dass man durch Vermischen von Fettalkoholalkoxylat, amorpher Kieselsäure, einem Trägermaterial, besonders bevorzugt einem wasserlöslichen Trägermaterial und gegebenenfalls weiteren Hilfsmitteln, anschließende Befeuchtung der Mischung mit Wasser, eventuell Granulierung des Gemischs und abschließender Trocknung rieselfähige Compounds mit guter Löslichkeit erhält.

Als Compound im Rahmen der Erfindung ist eine feste Zubereitung eines ansonsten flüssigen bis pastösen Tensids zu verstehen. Es kann dabei in Form von Granulaten oder als Pulver vorliegen.

[0007] Gegenstand der Erfindung sind Tensid-Compounds, die im wesentlichen bestehen aus

- a) Fettalkoholalkoxylaten,
- b) Amorpher Kieselsäure,
- c) Trägermaterial und
- d) gegebenenfalls üblichen Hilfsmitteln,

sowie ein Verfahren zur Herstellung dieser Tensid-Compounds und deren Verwendung als oberflächenaktives Mittel.

[0008] Die erfindungsgemäßen Tensid-Compounds enthalten Fettalkoholalkoxylate, wobei der Alkoxyat-Teil aus Ethylenoxid- (EO), Propylenoxid- (PO) oder Butylenoxid- (BO) Einheiten oder deren Mischungen besteht. Der Alkoxyat-Teil kann auch als Ethylenoxid/ Propylenoxid-Blockcopolymer vorliegen. Fettalkoholalkoxylate im Sinne der Erfindung sind auch polyglycerinierte Fettalkohole. Besonders bevorzugt sind ethoxylierte Fettalkohole, bevorzugt primäre Alkohole mit bevorzugt 8 bis 22 C-Atomen, beispielsweise Kokos-, Palmfett-, Palmkern-, Talgfett-, Lauryl-, Stearyl- oder Oleylalkohol und bevorzugt 1 bis 80 EO-Einheiten pro Mol Alkohol, wobei der Alkoholrest linear ist oder bevorzugt in 2-Stellung methylverzweigt sein kann oder lineare und methylverzweigte Reste im Gemisch enthält, so wie dies üblicherweise in Oxoalkoholresten der Fall ist. Zu den bevorzugten ethoxylierten Alkoholen gehören beispielsweise C₁₁-Alkohole mit 3, 5, 7, 8 und 11 EO-Einheiten, (C₁₂-C₁₅)-Alkohole mit 3, 6, 7, 8, 10 und 13 EO-Einheiten, (C₁₄-C₁₅)-Alkohole mit 4, 7 und 8 EO-Einheiten, (C₁₆-C₁₈)-Alkohole mit 8, 11, 15, 20, 25, 50 und 80 EO-Einheiten und Mischungen derselben. Die angegebenen Ethoxylierungsgrade stellen statistische Mittelwerte dar, die für ein spezielles Produkt eine ganze oder eine gebrochene Zahl sein können.

Es können auch Fettalkohol-EO/PO-Addukte eingesetzt werden, wie z.B. die ® Genapol-Typen 3970, 2909 und 2822 der Fa. Clariant GmbH.

[0009] Zusätzlich können die erfindungsgemäßen Tensid-Compounds auch polyethoxylierte, polypropoxylierte, polybutoxylierte und polyglycerinierte Fettsäurealkylester, polyethoxylierte Ester von Sorbit, polyethoxylierte oder Polyhydroxyfettsäureamide, vorzugsweise solche der Formel R₂-CO-N(R₃)-Z, in der R₂CO für einen aliphatischen Acylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen, R₃ für Wasserstoff, einen Alkyl oder Hydroxyalkylrest mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen und Z für einen linearen oder verzweigten Polyhydroxyalkylrest mit 3 bis 10 Kohlenstoffatomen und 3 bis 10 Hydroxylgruppen steht, aber auch Alkylglykoside der allgemeinen Formel RO(G)_x enthalten, wobei R einen primären geradkettigen oder methylverzweigten, insbesondere in 2-Stellung methylverzweigten, aliphatischen Rest mit 8 bis 22, vorzugsweise 12 bis 18 Kohlenstoffatomen, bedeutet und G für eine Glykoseeinheit mit 5 oder 6 Kohlenstoffatomen, vorzugsweise für Glucose, steht. Der Oligomerisierungsgrad x, der die Verteilung von Monoglykosiden und Oligoglykosiden angibt, ist bevorzugt eine Zahl zwischen 1 und 10, besonders bevorzugt liegt x zwischen 1,2 und 1,4.

[0010] Die Menge an Fettalkoholalkoxylaten in den erfindungsgemäßen Tensid-Compounds kann 20 bis 80 Gew.-

%, bevorzugt 30 bis 60 Gew.-%, besonders bevorzugt 40 bis 55 Gew.-%, bezogen auf das fertige Tensid-Compound, betragen.

[0011] Die erfindungsgemäßen Tensid-Compounds enthalten als Komponente b) amorphe Polykieselsäuren, deren innere Oberfläche vorzugsweise im Bereich von 10 m²/g bis 500 m²/g, insbesondere 100 m²/g bis 450 m²/g liegt. Geeignet sind Kieselensäuren, die nach dem Thermalprozess (Flammenhydrolyse von SiCl₄) hergestellt worden sind (sogenannte pyrogene Kieselensäuren), sowie durch Nassverfahren hergestellte Kieselensäuren (sogenannte Fällungskieselensäuren). Sie können auch durch Einwirken von Mineralsäuren auf Wasserglas hergestellt werden.

[0012] Die Menge an amorpher Kieselensäure kann 5 bis 40 Gew.-%, bevorzugt 10 bis 30 Gew.-%, besonders bevorzugt 15 bis 25 Gew.-%, bezogen auf das fertige Tensid-Compound, betragen.

In einer bevorzugten Ausführungsform kann das Gewichtsverhältnis von Fettalkoholalkoxylat zu amorpher Kieselensäure im Bereich von 1 zu 1 bis 4 zu 1, bevorzugt 1,5 zu 1 bis 3 zu 1, besonders bevorzugt 2 zu 1 bis 2,8 zu 1 liegen.

[0013] Als Trägermaterialien geeignet sind beispielsweise Silikate, Tone, Carbonate, Phosphate, Sulfate und Citrate. Tone sind natürlich vorkommende kristalline oder amorphe Silikate des Aluminiums, Eisens, Magnesiums, Calciums, Kaliums und Natriums, zum Beispiel Kaolin, Talkum, Pyrophyllit, Attapulgit, Sepiolit, Saponit, Hectorit, Smektit wie Montmorillonit, insbesondere Bentonite, Bauxit und Zeolithe. Besonders geeignet sind kristalline schichtförmige Alkalisilikate der Formel $MM'Si_xO_{(2x-1)} \cdot yH_2O$ (M, M' = Na, K, H, x = 1,9-23; y = 0-25), bevorzugt Natriumsilikate, beispielsweise unter den Handelsnamen SKS-6 und Nabion 15 erhältliche Typen.

Ebenso geeignet sind Zeolithe vom Typ A und P, sowie Bentonite wie sie unter der Bezeichnung Laundrosil® DGA, Laundrosil® EX 0242 oder Ikomont® CA weiß im Handel sind. Schichtsilikate können auch in sauer modifizierter Form eingesetzt werden, wie sie in den Handelsprodukten Tonsil® EX 519, Tonsil Optimum 210 FF, Tonsil Standard 310 FF und 314 FF, sowie Opazil® SO der Fa. Südchemie zur Verfügung stehen.

[0014] Weitere geeignete Trägermaterialien sind Alkaliphosphate, die in Form ihrer alkalischen, neutralen oder sauren Natrium- oder Kaliumsalze vorliegen können. Beispiele hierfür sind Trinatriumphosphat, Tetranatriumdiphosphat, Dinatriumdihydrogendiphosphat, Pentanatriumtriphosphat, sogenanntes Natriumhexametaphosphat, oligomerer Trinatriumphosphat mit Oligomerisierungsgraden von 5 bis 1000, insbesondere 5 bis 50, sowie Gemische aus Natrium- und Kaliumsalzen.

[0015] Brauchbare organische Trägermaterialien sind beispielsweise die bevorzugt in Form ihrer Natriumsalze eingesetzten Carbonsäuren, wie Citronensäure und Nitriloacetat (NTA), Ethylendiamintetraessigsäure. Analog hierzu können auch polymere Carboxylate und deren Salze eingesetzt werden. Hierzu gehören beispielsweise die Salze homopolymerer oder copolymerer, Polyacrylate, Polymethacrylate und insbesondere Copolymere der Acrylsäure mit Maleinsäure, vorzugsweise solche aus 50 % bis 10 % Maleinsäure, Polyasparaginsäure und auch Polyvinylpyrrolidon und Urethane. Die relative Molekülmasse der Homopolymeren liegt im allgemeinen zwischen 1000 und 100 000, die der Copolymeren zwischen 2000 und 200 000, vorzugsweise 50 000 bis 120 000, bezogen auf die freie Säure. Insbesondere sind auch wasserlösliche Polyacrylate geeignet, die beispielsweise mit etwa 1 % eines Polyallylethers der Sucrose quervernetzt sind und die eine relative Molekülmasse oberhalb einer Million besitzen. Beispiele hierfür sind die unter dem Namen Carbopol 940 und 941 erhältlichen Polymere.

Das Trägermaterial ist vorzugsweise frei von stark alkalischen Bestandteilen. Zur Herstellung der erfindungsgemäßen Granulate sind wasserlösliche Trägermaterialien, beispielsweise Natriumcarbonat oder Natriumsulfat besonders bevorzugt.

[0016] In den erfindungsgemäßen Granulaten liegen im allgemeinen 1 bis 90, bevorzugt 10 bis 80, besonders bevorzugt 20 bis 70 Gew.-% Trägermaterial, bezogen auf das fertige Tensid-Compound, vor.

[0017] In einer besonderen Ausführungsform können die oben genannten Trägermaterialien auch als Abpudermittel für Compounds aus Alkoholalkoxylaten eingesetzt werden.

[0018] Des weiteren können die erfindungsgemäßen Tensid-Compounds auch weitere übliche Hilfsmittel enthalten, insbesondere Bindemittel und/oder Granulierhilfsmittel.

[0019] Als Bindemittel kommen in Frage Cellulose und Stärke sowie deren Ether oder Ester, beispielsweise Carboxymethylcellulose (CMC), Methylcellulose (MC) oder Hydroxyethylcellulose (HEC) und die entsprechenden Stärkederivate, aber auch filmbildende Polymere, beispielsweise Polyacrylsäuren und Copolymere aus Maleinsäureanhydrid und Acrylsäure, sowie die Salze dieser Polymersäuren. Handelsübliche Produkte sind zum Beispiel Sokalan® CP 5 oder 45.

Als Bindemittel und Granulierhilfsmittel können auch Tenside, insbesondere anionische und nichtionische Tenside, Tensid-Compounds, Di- und Polysaccharide, Cyclodextrine, schmelzbare Polyester, Polyalkylenglycole, insbesondere Polyethylen-, Polypropylenglykole, besonders bevorzugt Polyethylenglykole mit Molekulargewichten von 1000 bis 10000, bevorzugt 3000 bis 6000, besonders bevorzugt 4000, Fettsäuren, insbesondere gesättigte Fettsäuren, wie Laurinsäure, Myristinsäure, Palmitinsäure, Stearinsäure, hydrierte Erucasäure und Behensäure, sowie insbesondere aus natürlichen Fettsäuren, z.B. Kokos-, Palmkern- oder Talgfettsäuren abgeleitete Gemische, Seifen, insbesondere gesättigte Fettsäureseifen und Wachse eingesetzt werden.

[0020] Bevorzugte anionische Tenside sind Alkalisalze, Ammoniumsalze, Aminsalze und Salze von Aminoalkoholen

von folgenden Verbindungen: Alkylsulfate, Alkylethersulfate, Alkylamidsulfate und -ethersulfate, Alkylarylpolyethersulfate, Monoglyceridsulfate, Alkansulfonate, α -Olefin sulfonate, Alkylarylsulfonate, Arylsulfonate, insbesondere Cumol-, Xylol-, Toluolsulfonat Alkylamidsulfonate, Alkylsulfosuccinate, Alkylethersulfosuccinate, Alkylamidsulfosuccinate, Alkylsulfoacetate, Alkylpolyglycerin-carboxylate, Alkylphosphate, Alkyletherphosphaten, Alkylsarcosinate, Alkylpolypeptidate, Alkylamidopolypeptidate, Alkylisethionate, Alkyltaurate, Alkylpolyglykoethercarbonsäuren oder Fettsäuren, wie Oleinsäure, Ricinoleinsäure, Palmitinsäure, Stearinsäure, Kopraölsäuresalz oder hydrierte Kopraölsäuresalze. Der Alkylrest all dieser Verbindungen enthält normalerweise 8 - 32, vorzugsweise 8 - 22 C-Atome.

Als nichtionische Tenside kommen in Frage polyethoxylierte, polypropoxylierte und polyglycerinierte Fettsäurealkylester, polyethoxylierte Ester von Fettsäuren und von Sorbit, polyethoxylierte oder Polyhydroxyfettsäureamide der Formel $R_2\text{-CO-N(R}_3\text{)-Z}$, in der $R_2\text{CO}$ für einen aliphatischen Acylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen, R_3 für Wasserstoff, einen Alkyl oder Hydroxyalkylrest mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen und Z für einen linearen oder verzweigten Polyhydroxyalkylrest mit 3 bis 10 Kohlenstoffatomen und 3 bis 10 Hydroxylgruppen steht, aber auch Alkylglykoside der allgemeinen Formel RO(G)_x eingesetzt, wobei R einen primären geradkettigen oder methylverzweigten, insbesondere in 2-Stellung methylverzweigten, aliphatischen Rest mit 8 bis 22, vorzugsweise 12 bis 18 Kohlenstoffatomen, bedeutet und G für eine Glykoseeinheit mit 5 oder 6 Kohlenstoffatomen, vorzugsweise für Glucose, steht. Der Oligomerisierungsgrad x, der die Verteilung von Monoglykosiden und Oligoglykosiden angibt, ist bevorzugt eine Zahl zwischen 1 und 10, besonders bevorzugt liegt x zwischen 1,2 und 1,4.

Die Menge an Hilfsmittel, ebenfalls bezogen auf das fertige Tensid-Compound, kann 0 bis 45, vorzugsweise 2 bis 20 Gew.-% betragen.

[0021] Das Mischen der Komponenten kann in üblichen, chargenweise oder kontinuierlich arbeitenden Mischvorrichtungen, die in der Regel mit rotierenden Mischorganen ausgerüstet sind, erfolgen, beispielsweise in einem Lödige-Pflugscharmischer, oder Eirich-Intensivmischer.

Bevorzugt betragen die Mischzeiten 0,5 s bis 20 min, besonders bevorzugt 2 s bis 8 min.

[0022] Beim Mischen sind alle Mischvarianten denkbar, die eine ausreichende Durchmischung der Komponenten a) bis d) gewährleisten. Bei einer bevorzugten Ausführungsform werden Komponenten a) bis d) gleichzeitig vermischt. Es sind jedoch auch mehrstufige Mischprozesse denkbar, bei denen die einzelnen Komponenten in verschiedenen Kombinationen einzeln oder zusammen mit anderen Additiven in die Gesamtmischung eingetragen werden. Im Einzelfall kann es erforderlich sein, bestimmte Komponenten der Mischung, wie z.B. Bindemittel in Form einer Schmelze in den Prozess einzutragen.

[0023] In einer bevorzugten Ausführungsform wird in die pulverförmige Mischung ein durch Wasser aktivierbarer Binder, wie z.B. Tylosen, Cellulosen eingemischt. Nach Herstellung der Mischung aller Komponenten wird diese mit Wasser besprüht und durchmischt und einer Aufbaugranulierung im Mischer, beispielsweise im Pflugscharmischer, Ringschichtmischer oder Intensivmischer unterzogen. Der Wasseranteil in der Mischung ist abhängig von der Rezeptur und kann vorzugsweise 5 bis 50, bevorzugt 10 bis 40 besonders bevorzugt 15 bis 30 Gewichtsprozent (bezogen auf die Gesamtmischung) betragen.

[0024] In einer weiteren Ausführungsform kann mit dem erhaltenen teilchenförmigen Produkt eine Formgranulierung durch Matrizen im Extruder, aber auch durch Ringkollerpressen, Kollergänge, gegebenenfalls mit nachgeschaltetem Rondierer, durchgeführt werden.

[0025] Im Anschluss an die Granulierung wird das feuchte Produkt getrocknet, wobei vorzugsweise Fließbett- oder Wirbelschichttrockner zum Einsatz kommen. Von dem erhaltenen Granulat wird durch Sieben der Grobkorn- und der Feinkornanteil abgetrennt. Der Grobkornanteil wird durch Vermahlen zerkleinert und ebenso wie der Feinkornanteil einem erneuten Granulierungsprozess zugeführt. Die Korngröße des auf diese Weise hergestellten Granulats liegt im allgemeinen im Bereich von 50 μm - 2000 μm , vorzugsweise 100 μm - 1600 μm , besonders bevorzugt von 200 - 1000 μm . In an sich bekannter Weise können die erfindungsgemäßen Tensid-Compounds auch als Pulver hergestellt werden. In diesem Fall entfällt die Granulierung.

[0026] Die erfindungsgemäß erhaltenen Tensid-Compounds sind direkt zum Einsatz in Wasch- und Reinigungsmitteln geeignet. In einer besonders bevorzugten Verwendungsform können sie jedoch nach an sich bekannten Verfahren mit einer Coatinghülle versehen werden. Hierzu wird das Granulat in einem zusätzlichen Schritt mit einer filmbildenden Substanz umhüllt, wodurch die Produkteigenschaften erheblich beeinflusst werden können.

[0027] Als Coatingmittel geeignet sind alle filmbildenden Substanzen, wie Wachse, Silikone, Fettsäuren, Fettalkohole, Seifen, anionische Tenside, nichtionische Tenside, kationische Tenside, anionische und kationische Polymere, sowie Polyalkylenglykole.

[0028] Bevorzugt werden Coatingsubstanzen mit einem Schmelzpunkt von 30 - 100°C verwendet.

Beispiele hierfür sind:

[0029] $\text{C}_8\text{-C}_{31}$ -Fettsäuren, beispielsweise Laurin-, Myristin-, Stearinsäure; $\text{C}_8\text{-C}_{31}$ -Fettalkohole; Polyethylenglykole mit einer Molmasse von 1000 bis 50000g/mol; Fettalkoholpolyalkoxylate mit 1 bis 100 Molen EO; Alkansulfonate,

Alkylbenzolsulfonate, a-Olefinsulfonate, Alkylsulfate, Alkylethersulfate mit C₈-C₃₁-Kohlenwasserstoffresten, Polymere, beispielsweise Polyvinylalkohole, Wachse, beispielsweise Montanwachse, Paraffinwachse, Esterwachse, Polyolefinwachse, Silikone.

[0030] In der im Bereich von 30 bis 100°C erweichenden oder schmelzenden Coatingsubstanz können darüber hinaus weitere in diesem Bereich nicht erweichende oder schmelzende Substanzen in gelöster oder suspendierter Form vorliegen, beispielsweise Homo-, Co-, oder Propfencopolymerisate ungesättigter Carbonsäuren und/ oder Sulfonsäuren sowie deren Alkalisalze, Celluloseether, Stärke, Stärkeether, Polyvinylpyrrolidon; ein- und mehrwertige Carbonsäuren, Hydroxycarbonsäuren oder Ethercarbonsäuren mit 3 bis 8 C-Atomen sowie deren Salze; Silikate, Carbonate, Bicarbonate, Sulfate, Phosphate, Phosphonate.

[0031] Je nach den gewünschten Eigenschaften des gecoateten Granulates kann der Gehalt an Hüllsubstanz 1 bis 30 Gew.-%, bevorzugt 5 bis 15 Gew.-% bezogen auf das gecoatete Granulat betragen.

[0032] Zum Aufbringen der Hüllsubstanzen können Mischer (mechanisch induzierte Wirbelschicht) und Wirbelschichtapparate (pneumatisch induzierte Wirbelschicht) benutzt werden. Als Mischer sind z.B. Pflugscharmischer (kontinuierlich und chargenweise), Ringschichtmischer oder auch Schugi-Mischer möglich. Die Temperung kann bei Verwendung eines Mixers in einem Granulatvorwärmer und/oder im Mischer direkt und/ oder in einem dem Mischer nachgeschalteten Fließbett erfolgen. Zur Kühlung des gecoateten Granulates können Granulatkühler oder Fließbettkühler eingesetzt werden. Im Falle von Wirbelschichtapparaturen erfolgt die Temperung über das zur Aufwirbelung verwendete Heißgas. Das nach dem Wirbelschichtverfahren gecoatete Granulat kann ähnlich wie beim Mischverfahren über einen Granulatkühler oder einen Fließbettkühler abgekühlt werden. Sowohl beim Mischverfahren als auch beim Wirbelschichtverfahren kann die Coatingsubstanz über eine Einstoff- oder eine Zweistoffdüsvorrichtung aufgesprüht werden.

[0033] Die fakultative Temperung besteht in einer Wärmebehandlung bei einer Temperatur von 30 bis 100°C, jedoch gleich oder unterhalb der Schmelz- oder Erweichungstemperatur der jeweiligen Hüllsubstanz. Bevorzugt arbeitet man bei einer Temperatur, die knapp unterhalb der Schmelz- oder Erweichungstemperatur liegt.

[0034] Die erfindungsgemäßen Compounds zeichnen sich durch eine sehr gute Lagerstabilität in pulverförmigen Wasch-, Reinigungs- und Desinfektionsmittelformulierungen aus. Sie sind ideal zum Einsatz in Vollwaschmitteln, Fleckensalzen, Maschinengeschirrspülmitteln und pulverförmigen Allzweckreinigern.

[0035] Nachfolgende Beispiele sollen die Erfindung näher erläutern ohne sie darauf einzuschränken.

Beispiel 1: C_{12/14}-Fettalkoholethoxylat-Compound

[0036]

Genapol® LA 070	50,0 Gew.-%
Sipernat® 50S	21,4 Gew.-%
Na-carbonat	25,1 Gew.-%
Tylose® CR 1500	3,5 Gew.-%

Herstellung

[0037] In einem Labor-Pflugscharmischer (Typ Lödige M5) wurden 347,1 g (= 321,45 g Feststoff) Sipernat 50S, 388,90 g (= 376,05 g Feststoff) Na-carbonat und 52,5 g Tylose CR 1500 vorgelegt und für 1 min bei einer Mischerdrehzahl von ca. 115 min⁻¹ vorgemischt. Anschließend wurde die Mischerdrehzahl auf 220 min⁻¹ erhöht und innerhalb von 4 min 766,9 g (= 750 g Feststoff) Genapol LA 070 in die Mischung eingetragen. Zu dieser Vormischung wurde eine Gesamtwassermenge von 420 g zugegeben und für ca. 1 min weiter gemischt, wobei in der Mischung die Granulierung einsetzt. Das feuchte Granulat wurde ausgetragen und für 15 min in einem Labor-Fließbettrockner (Retsch) bei 80°C Luft Eintrittstemperatur getrocknet. Anschließend wurde das Produkt gesiebt, um Feinanteile < 200 µm und Grobanteile > 800 µm abzutrennen. Dabei wurde eine Zielausbeute von 200 - 800 µm von ca. 59 %, ein Grobanteil von ca. 28 % und ein Feinanteil von ca. 13 % erhalten. Durch Mahlung des Grobgutes in einer Siebmühle und erneute Aussiebung zwischen 200 - 800 µm konnte die Gesamtzielausbeute des Granulates auf ca. 80 % gesteigert werden.

Beispiel 2: C_{12/14}-Fettalkoholethoxylat-Compound

[0038]

Genapol® LA 070	25,0 Gew.-%
-----------------	-------------

EP 1 518 923 A1

(fortgesetzt)

Sipernat® 50S	10,7 Gew.-%
Na-carbonat	60,8 Gew.-%
Tylose® CR 1500	3,5 Gew.-%

Herstellung

[0039] In einem Labor-Pflugscharmischer (Typ Lödige M5) wurden 173,49 g (= 160,65 g Feststoff) Sipernat 50 S, 942,9 g (= 911,85 g Feststoff) Na-carbonat und 52,5 g Tylose CR 1500 vorgelegt und für 1 min bei einer Mischerdrehzahl von ca. 115 min⁻¹ vorgemischt. Anschließend wurde die Mischerdrehzahl auf 220 min⁻¹ erhöht und innerhalb von 4 min 383,44 g (= 375 g Feststoff) Genapol LA 070 in die Mischung eingetragen. Zu dieser Vormischung wurde eine Gesamtwassermenge von 585 g zugegeben und für ca. 1 min weiter gemischt, wobei in der Mischung die Granulierung einsetzte. Das feuchte Granulat wurde ausgetragen und für 15 min in einem Labor-Fließbettrockner (Retsch) bei 80°C Lufteintrittstemperatur getrocknet.

Anschließend wurde das Produkt gesiebt, um Feinanteile < 200 µm und Grobanteile > 800 µm abzutrennen. Dabei wurde eine Zielausbeute von 200 - 800 µm von ca. 54 %, ein Grobanteil von ca. 40 % und ein Feinanteil von ca. 6 % erhalten. Durch Mahlung des Grobgutes in einer Siebmühle und erneute Aussiebung zwischen 200 - 800 µm konnte die Gesamtzielausbeute des Granulates auf ca. 79,5 % gesteigert werden.

Chem. Bezeichnung der eingesetzten Handelsprodukte

[0040]

Genapol® LA 070 (Clariant GmbH)	C ₁₂ /14-Fettalkoholethoxylat mit 7 EO
Sipernat® 50S (Degussa)	amorphe Kieselsäure
Tylose® Cr 1500 (Clariant GmbH)	Carboxymethylcellulose, Na-Salz

Patentansprüche

1. Tensid-Compounds, bestehend im wesentlichen aus a) Fettalkoholalkoxylaten, b) amorpher Kieselsäure, c) einem Trägermaterial und gegebenenfalls d) einem Hilfsmittel.
2. Tensid-Compound nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** sie zusätzlich alkoxylierte Fettsäurealkylester, polyethoxylierte Sorbitester, polyethoxylierte Fettsäureamide, Polyhydroxyfettsäureamide oder Alkylglykoside enthalten.
3. Tensid-Compound nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** es 5 bis 40 Gew.-% amorphe Kieselsäure, bezogen auf das Tensid-Compound, enthält.
4. Tensid-Compound nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** es 10 bis 30 Gew.-% amorphe Kieselsäure, bezogen auf das Tensid-Compound, enthält.
5. Tensid-Compound nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** es 1 bis 90 Gew.-% Trägermaterial, bezogen auf das Tensid-Compound, enthält.
6. Tensid-Compound nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** es 10 bis 80 Gew.-% Trägermaterial, bezogen auf das Tensid-Compound, enthält.
7. Tensid-Compound nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** es 20 bis 80 Gew.-% Fettalkoholalkoxylat, bezogen auf das fertige Tensid, enthält.
8. Tensid-Compound nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** es als Fettalkoholalkoxylat einen oxethylierten C₈-C₂₂-Fettalkohol mit 1 bis 80 EO-Einheiten enthält.
9. Tensid-Compound nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** es amorphe Kieselsäure mit einer inneren

Oberfläche von 10 bis 500 m²/g enthält.

10. Tensid-Compound nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** es wasserlösliche Trägermaterialien enthält.

11. Tensid-Compound nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** es Bindemittel und/oder Granulierhilfsmittel als Hilfsmittel enthält.

12. Verfahren zur Herstellung der Tensid-Compounds nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, dass** man die Komponenten a), b), c) und gegebenenfalls d) mischt und diese Mischung anfeuchtet, gegebenenfalls granuliert und trocknet.

13. Verwendung der Tensid-Compounds nach Anspruch 1, als Additiv in festen Wasch- und Reinigungsmitteln.



Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung

EP 04 02 0724

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int.Cl.7)
X	DE 196 01 841 A (HENKEL KGAA) 24. Juli 1997 (1997-07-24) * Seite 3 - Seite 4; Ansprüche; Beispiele *	1-13	C11D17/00 C11D3/12 C11D1/72 C11D1/722 C11D1/825 C11D1/835
X	DE 100 08 815 A (SUED CHEMIE AG) 30. August 2001 (2001-08-30) * Seite 3, Zeile 56 - Zeile 68; Ansprüche; Beispiele *	1-9,11,13	
X	US 5 529 715 A (KURODA MUTSUMI ET AL) 25. Juni 1996 (1996-06-25) * Spalte 3 - Spalte 4; Ansprüche; Beispiele *	1,3-11,13	
X	EP 0 637 628 A (AMWAY CORP) 8. Februar 1995 (1995-02-08) * Spalte 5 - Spalte 6; Ansprüche; Beispiele *	1,5-13	
X	EP 1 347 037 A (SUED CHEMIE AG) 24. September 2003 (2003-09-24) * Beispiel 5 *	1,3-9,11,13	RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int.Cl.7) C11D
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort München		Abschlußdatum der Recherche 18. Januar 2005	Prüfer Pfannenstein, H
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 : mündliche 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	

1
EPO FORM 1503 (3.82) (P04C03)

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

EP 04 02 0724

In diesem Anhang sind die Mitglieder der Patentfamilien der im obengenannten europäischen Recherchenbericht angeführten Patentdokumente 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.

18-01-2005

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
DE 19601841 A	24-07-1997	DE 19601841 A1	24-07-1997
DE 10008815 A	30-08-2001	DE 10008815 A1	30-08-2001
		AU 4647301 A	03-09-2001
		WO 0162883 A1	30-08-2001
		EP 1257628 A1	20-11-2002
US 5529715 A	25-06-1996	AU 3524093 A	30-09-1993
		DE 69330391 D1	09-08-2001
		DE 69330391 T2	02-05-2002
		EP 0562628 A2	29-09-1993
		HK 1002394 A1	26-10-2001
		JP 2633167 B2	23-07-1997
		JP 6009997 A	18-01-1994
EP 0637628 A	08-02-1995	US 5458799 A	17-10-1995
		DE 69425534 D1	21-09-2000
		DE 69425534 T2	13-06-2001
		EP 0637628 A2	08-02-1995
		ES 2150472 T3	01-12-2000
EP 1347037 A	24-09-2003	DE 10212169 A1	02-10-2003
		EP 1347037 A1	24-09-2003

EPO FORM P0461

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