



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11) **EP 1 113 068 A2**

(12) **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

(43) Veröffentlichungstag:
04.07.2001 Patentblatt 2001/27

(51) Int Cl.7: **C11D 3/12**, C11D 3/40
// C11D17/00

(21) Anmeldenummer: **00126667.5**

(22) Anmeldetag: **05.12.2000**

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

(30) Priorität: **16.12.1999 DE 19960744**

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

(72) Erfinder:
• **Bauer, Harald , Dr.
50170 Kerpen (DE)**
• **Holz, Josef, Dr.
50374 Erftstadt (DE)**
• **Schimmel, Günther, Dr.
50374 Erftstadt (DE)**

(54) **Granulares Alkalischichtsilicat-Compound**

(57) Die Erfindung betrifft ein granulares Alkalischichtsilicat-Compound, dadurch gekennzeichnet, daß es ein kristallines Alkalischichtsilikat, einen Farb-

stoff und ein Additiv enthält. Die Erfindung betrifft auch ein Verfahren zu seiner Herstellung sowie Wasch- und Reinigungsmittel, die ein solches granulares Alkalischichtsilicat-Compound enthalten.

EP 1 113 068 A2

Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein granulares Alkalischichtsilicat-Compound, ein Verfahren zu seiner Herstellung sowie Wasch- und Reinigungsmittel, die ein solches granulares Alkalischichtsilicat-Compound enthalten.

[0002] DE 199 43 237 A1 beschreibt cellulosehaltige Cogranelate aus Alkalischichtsilikaten und Sprengmitteln, die gegebenenfalls eingefärbt sein können. Diese Cogranelate werden als Waschmittelbuilder eingesetzt.

[0003] Waschmittelbuilder erfüllen eine Vielzahl von Funktionen. Darunter sind besonders die Entfernung oder Herabsetzung von Wasserhärte und die Lieferung von Alkalität, d.h. die Heraufsetzung des pH-Wertes in der Waschlauge zu nennen. Die Entfernung der im Leitungswasser vorhandenen Wasserhärte ist wichtig, da sie bei den üblichen, insbesondere höheren Waschttemperaturen an Heizstäben, Waschmaschinenwänden und an Textilien anorganische Verkrustungen ("Inkrustierungen") verursacht und die häufig eingesetzten anionischen Tenside in Form von sogenannten Kalkseifen zur Ausfällung bringen. Dies hat zum einen eine Minderung der Waschkraft zur Folge und ergibt andererseits nach nur wenigen Waschgängen einen Grauschleier auf der Wäsche. Anorganische Inkrustierungen bestehen aus in Form von Calciumcarbonat ausgefällter Wasserhärte bzw. aus abgelagerten Resten ungelöster Waschmittelbuilderanteile. Die (erwünschte) Erhöhung des pH-Wertes in der Waschlösung hat zur Folge, dass Schmutzpartikel eine höhere Oberflächenladung erhalten und so leichter vom Gewebe zu entfernen sind.

[0004] Nach dem Stand der Technik werden Waschmittelbestandteile, dies betrifft insbesondere die Builderkomponente, durch den Zusatz von Farbstoffen für verschiedene Zwecke eingefärbt. Eine besonders hohe Farbstärke des Produkts kann dabei nur durch entsprechende Erhöhung des Farbstoffanteils erreicht werden. Nachteilig ist hierbei, daß Reste der Farbstoffe in der Waschlauge verbleiben können und zu der Anfärbung von Textilien bzw. Belastung der Umwelt führen. Überraschenderweise wurde nun gefunden, dass sich Alkalischichtsilicate durch eine geeignete Wahl von Additiven in Kombination mit Farbstoffen besonders farbtintensiv einfärben lassen, ohne dass der Farbstoffanteil im Produkt wesentlich erhöht wird.

[0005] Es ist daher Aufgabe der vorliegenden Erfindung, ein granulares Alkalischichtsilicat-Compound zur Verfügung zu stellen, das gegenüber dem Stand der Technik eine besonders hohe Farbtintensität besitzt.

[0006] Diese Aufgabe wird gelöst durch ein granulares Alkalischichtsilicat-Compound der eingangs genannten Art, dadurch gekennzeichnet, daß es ein kristallines Alkalischichtsilicat, einen Farbstoff und ein Additiv enthält.

[0007] Bevorzugt enthält das erfindungsgemäße granulare Alkalischichtsilicat-Compound

68-99,79 Gew.-% Alkalischichtsilicat
0,01-2 Gew.-% Farbstoff
0,1-15 Gew.-% Additive
0,1-15 Gew.-% Wasser.

[0008] Besonders bevorzugt enthält das erfindungsgemäße granulare Alkalischichtsilicat-Compound

84-98,95 Gew.-% Alkalischichtsilicat
0,05-1 Gew.-% Farbstoff
0,5-5 Gew.-% Additive
0,5-10 Gew.-% Wasser.

[0009] Bevorzugte Alkalischichtsilicate, die vorteilhafterweise zur Herstellung des erfindungsgemäßen Compounds eingesetzt werden können, sind solche der Formel $\text{NaMSi}_x\text{O}_{2x+1} \cdot y\text{H}_2\text{O}$, wobei M Natrium oder Wasserstoff bedeutet, x eine Zahl von 1,9 bis 4 und y eine Zahl von 0 bis 20 ist und bevorzugte Werte für x 2, 3 oder 4 sind. Derartige Schichtsilicate werden in der

EP-B-0 164 514 beschrieben, auf die hier ausdrücklich Bezug genommen wird. Bevorzugte Schichtsilicate sind dabei solche, in denen M für Natrium steht und x die Werte 2 oder 3 annimmt. Insbesondere sind sowohl beta- als auch delta-Natriumdisilicate $\text{Na}_2\text{Si}_2\text{O}_5 \cdot y\text{H}_2\text{O}$ bevorzugt, wobei beta-Natriumdisilicat beispielsweise nach dem Verfahren erhalten werden kann, das in der WO-A-91/08171 beschrieben ist. beta-Natriumdisilicat ist unter der Bezeichnung SKS-7, delta-Natriumdisilicat ist unter der Bezeichnung TMSKS-6 im Handel erhältlich (Produkte der Clariant GmbH).

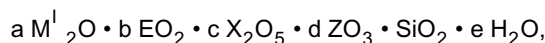
[0010] Weitere Schichtsilicate, die bevorzugt zur Herstellung des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds eingesetzt werden können, sind in der DE-A-198 30 591 beschrieben. Es handelt sich dabei um ein feinteiliges kristallines schichtförmiges Natriumdisilicat der Formel $\text{NaMSi}_x\text{O}_{2x+1} \cdot y\text{H}_2\text{O}$, wobei M Natrium oder Wasserstoff bedeutet, x eine Zahl von 1,9 bis 4 und y eine Zahl von 0 bis 20 ist, dadurch gekennzeichnet, dass es einen Gehalt von 0 bis 40 Gew.-% an alpha-Dinatriumdisilicat, 0 bis 40 Gew.-% an beta-Dinatriumdisilicat, 40 bis 100 Gew.-% an delta-Dinatriumdisilicat und 0 bis 40 Gew.-% an amorphen Anteilen sowie einen Siebrückstandsrest von weniger als 60 % aufweist und frei von Natriummetasilicat ist.

[0011] Die DE-A-196 01 063 beschreibt ein kristallines Natriumschichtsilicat der allgemeinen Formel

EP 1 113 068 A2

$x\text{Na}_2\text{O} \cdot y\text{SiO}_2 \cdot z\text{P}_2\text{O}_5$ mit dem Verhältnis x zu y von 0,35 bis 0,6, dem Verhältnis x zu z von 1,75 bis 1200 und dem Verhältnis von y zu z von 4 bis 2800. Diese phosphorhaltigen Schichtsilicate mit hoher Kristallinität und einem sehr hohen Calciumbindevermögen werden ebenfalls bevorzugt zur Herstellung des erfindungsgemäßen Compounds eingesetzt.

[0012] Erfindungsgemäß eingesetzt werden auch kristalline Alkalisilicate der allgemeinen Formel



in der M^{I} ein Alkalimetall, E ein Element der vierten Hauptgruppe, X ein Element der fünften Hauptgruppe und Z ein Element der sechsten Hauptgruppe des Periodensystems bedeuten und weiterhin gilt:

$$0,25 \leq a \leq 6,25$$

$$2,5 \cdot 10^{-4} \leq b \leq 5,63$$

$$0 \leq c \leq 2,81$$

$$0 \leq d \leq 5,63$$

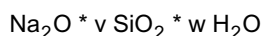
$$0 \leq e \leq 15,3$$

[0013] Hierbei sind solche kristallinen Alkalisilicate bevorzugt, die einen gewissen Gehalt an Phosphor, Schwefel und/oder Kohlenstoff aufweisen.

[0014] Geeignete Silicate sind aber auch hochalkalische kristalline Natriumsilicate der Zusammensetzung

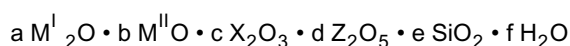


wobei x eine Zahl zwischen 1,2 und 2,1 und y eine Zahl zwischen 0 und 20 ist und das hochalkalische kristalline Natriumsilicat zu 70 bis 98 Gew.-% aus schichtförmigen Dinatriumdisilicaten und zu 2 bis 30 Gew.-% aus nichtschichtsilicatischen Natriumsilicaten der Formel



in der v eine Zahl zwischen 0,05 und 2 und w eine Zahl zwischen 0 und 20 ist, besteht.

[0015] Schließlich werden bevorzugt auch schwerlösliche Alkalisilicate eingesetzt, welche dadurch gekennzeichnet sind, dass sie Alkalisilicate in fein verteilter Form in einer nicht-schicht-silikatischen Alkalisilicatumgebung der Formel $x \text{M}^{\text{I}}_2\text{O} \cdot y \text{SiO}_2$, in der M^{I} ein Alkalimetall und y/x (1,9 bis 500): 1 bedeutet, enthalten. Dabei entspricht das Alkalisilicat insgesamt der allgemeinen Formel



in der M^{I} ein Alkalimetall, M^{II} ein Erdalkalimetall, X ein Element der dritten Hauptgruppe und Z ein Element der fünften Hauptgruppe des Periodensystems bedeuten und weiterhin gilt:

$$0 \leq a \leq 1;$$

$$0 \leq b \leq 0,5;$$

$$0 \leq c/e \leq 0,05;$$

$$0 \leq d/e \leq 0,25;$$

$$1,9 \leq e \leq 4;$$

$$0 \leq f \leq 20$$

[0016] Bevorzugt sind hierbei solche schwerlöslichen Alkalisilicate, die einen gewissen Gehalt an Erdalkalitionen (Magnesium und/oder Calcium), Bor und/oder Phosphor aufweisen.

[0017] Als Farbstoffe kommen bevorzugt oxidationsstabile und/oder alkalistabile Farbstoffe und Pigmente in Frage. Geeignete Farbstoffe können vor allem die Sandolan-Typen (S. Blau E-HRL 180, S. NBG125 (brillantrot), S. MFBL (grün)) oder auch Vitasin-Typen (V. ponceau 4RC82 (rot), V. chinolingelb 70 (gelb) bzw. Telon-Typen (Telon Blau AFN, Fa. DyStar Textilfarben) sein. Auch Pigmente wie Patentblau (Fa. DyStar), Unisperse-Typen oder Terasil-T-Typen (beide Fa. Ciba) sind einsetzbar.

Bevorzugt handelt es sich bei den Additiven um Alkylalkoxylate, Gluconamide, Alkylpolyglycoside, Alkylesteralkoxylate, Oligoglycole, Polyglycole, Monoalkylglycoether, Monoalkyloligoglycoether, Monoalkylpolyglycoether, Dialkylglycoether, Dialkyloligoglycoether, Dialkylpolyglycoether, Oligocarboxylate und/oder Polycarboxylate.

[0018] Besonders bevorzugt handelt es sich bei den Alkylalkoxylaten um Alkylethoxylate und/oder EO-PO-Alkoxylate.

[0019] Bei der Auswahl der Additive ist zu beachten, dass vor allem niedrigmolekulare Verbindungen bevorzugt mindestens eine Alkylgruppe enthalten sollten. Wichtige Verbindungen mit diesem Merkmal sind auch nichtionische Tenside.

[0020] Als Additive sind Alkylalkoxylate, Gluconamide und Alkylpolyglycoside besonders bevorzugt. Unter den Alkylalkoxylaten vorzugsweise werden ethoxylierte, insbesondere primäre Alkohole mit vorzugsweise 8 bis 22 C-Atomen und durchschnittlich 1 bis 80 EO pro Mol Alkohol eingesetzt, in denen der Alkoholrest linear oder bevorzugt in 2-Stellung methylverzweigt sein kann bzw. lineare und methylverzweigte Reste im Gemisch enthalten kann, so wie sie üblicherweise in Oxoalkoholresten vorliegen. Zu den bevorzugten ethoxylierten Alkoholen gehören beispielsweise C₁₁-Alkohole mit 3, 5, 7, 8 bzw. 11 EO, C₁₂-C₁₅ Alkohole mit 3, 6, 7, 8, 10 bzw. 13 EO, C₁₄-C₁₅ Alkohole mit 4, 7 bzw. 8 EO, C₁₆-C₁₈ Alkohole mit 8, 11, 15, 20, 25, 50 bzw. 80 EO und Mischungen aus diesen. Die angegebenen Ethoxylierungsgrade stellen statistische Mittelwerte dar, die für ein spezielles Produkt eine ganze oder eine gebrochene Zahl sein können. Zusätzlich zu diesen können auch Fettalkohol-EO/PO-Addukte eingesetzt werden, wie z.B. die Genapol-Typen 3970, 2909, bzw. 2822.

[0021] Eine weitere Ausgestaltung der Erfindung ist Polyethylenglycole als Additive einzusetzen, z.B. die PEG Typen 200, 300, 400, 600, 1000, 1350, 1500, 2000, 3000, 4000, 6000, 8000, 10000, 12000, 20000 und 35000 von Clariant.

[0022] Bevorzugt werden als Additive auch Monoalkylglycoether, Monoalkyloligoglycoether oder Monoalkylpolyglycoether eingesetzt, darunter Butylglycol, Butyldiglycol und Butylpolyglycol. Bevorzugt ist auch Monoalkylpropylenglycole, Monoalkyloligopropylenglycole und Monoalkylpolypropylenglycole einzusetzen.

[0023] Eine weitere Ausgestaltung der Erfindung sieht vor als Additive Polycarboxylat-Copolymere in saurer oder Alkaliform, bevorzugt Natriumform, auf Basis Acrylsäure/Maleinsäure einzusetzen (beispielsweise Sokalan-Typen der Fa. BASF).

[0024] Das Additiv wird bevorzugt in Mischung bzw. Lösung mit Wasser eingesetzt. Dadurch wird ein größeres Flüssigkeitsvolumen erreicht, welches für eine gleichmäßigere Verteilung des Additivs auf dem vorgelegten grobteiligen Alkalischichtsilicat günstig ist. Um eine gute Handhabbarkeit der Additiv-Wasser-Mischung sicherzustellen (Pumpbarkeit, Viskosität) kann es sinnvoll sein einen Lösungsvermittler einzusetzen. Besonders geeignet sind dazu Alkohole, besonders bevorzugt Ethanol und Isopropanol.

[0025] Bevorzugt kann das Additiv auch in reiner Form mit dem vorgelegten grobteiligen Alkalischichtsilicat vermischt werden.

[0026] Der Wassergehalt des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds ist in weiten Grenzen variierbar und im wesentlichen durch die aufrecht zu erhaltende Fließfähigkeit des endgültigen Compounds begrenzt.

[0027] Die Farbintensität ist ein besonders wichtiger Parameter, der sich auf das Produkt auswirkt. Die Farbintensität des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds ist neben anderen Einflüssen abhängig von der Farbstoffkonzentration. Im bevorzugten Bereich von 0,01 bis 2% blauem Farbstoff ist ein b-Wert von -15 bis -40 bevorzugt, im besonders bevorzugten Bereich von 0,05 bis 1 % ein b-Wert von -17 bis -30.

[0028] Weiterhin wichtig für das erfindungsgemäße granulare Alkalischichtsilicat-Compound ist eine bestimmte Korngröße und eine möglichst nicht zu breite Kornverteilung. Der Feinkornanteil sollte nicht zu groß sein, um im späteren Waschmittel einen möglichst starken Farbkontrast zu den restlichen Inhaltsstoffen zu erzeugen. Zu hoher Feinkornanteil würde einen verwaschenen Hintergrundfarbton erzeugen.

Bevorzugt ist ein mittlerer Teilchendurchmesser von 400 bis 900 µm. Dabei beträgt der Anteil größer als 1,4 mm von 0,1 bis 15% und ein Anteil kleiner als 0,25 mm von 0,5 bis 20 %. Besonders bevorzugt ist ein mittlerer Teilchendurchmesser von 0,5 bis 0,8 mm, ein Anteil größer als 1,4 mm von 1 bis 9 % und ein Anteil kleiner als 0,25 mm von 1 bis 15%.

[0029] Die eingefärbten erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds sind sehr gut rieselfähig, bevorzugt frei rieselfähig und zeigen keine besondere Neigung zum Verbacken.

[0030] Für die ökonomische Verwendung des Farbstoffes ist eine nur äußerliche Einfärbung bevorzugt. Zur Herstellung des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds wird daher bevorzugt von einem grobteiligen Schichtsilicat ausgegangen. Dies kann sowohl eine speziell gesiebte Fraktion aus Schichtsilicatpulver sein, als auch zu Granulat kompaktiertes Schichtsilicat. Außerdem kann auch agglomeriertes Pulver eingesetzt werden. Als Agglomerierungsmittel kann dabei Polycarboxylat-Copolymer eingesetzt werden, wie dies in EP-A-0 849 355 beschrieben wird.

[0031] Das wichtigste Merkmal des grobteiligen Alkalischichtsilicates (Ausgangsprodukt) ist die Korngröße und -verteilung. Bevorzugt ist ein mittlerer Teilchendurchmesser 0,5 bis 0,9 mm, ein Anteil größer als 1,18 mm von 0,1 bis 50 % und ein Anteil kleiner als 0,25 mm von 0,1 bis 10 %. Besonders bevorzugt ist ein mittlerer Teilchendurchmesser von 0,5 bis 0,8 mm, ein Anteil größer als 1,18 mm von 1 bis 10 % und ein Anteil kleiner als 0,25 mm von 0,2 bis 5 %.

[0032] Für die Verwendung als grobteiliges Alkalischichtsilicat sind Pressgranulate bevorzugt. Diese werden bevorzugt durch Verfahren der Rollkompaktierung, Brikettierung und andere hergestellt. Bei der Rollkompaktierung ist ein Pressdruck von 10kN/cm bis 100kN/cm bevorzugt und ein Pressdruck von 30kN/cm bis 80kN/cm besonders bevorzugt. Wahlweise können bis zu 10 Gew.-% Granulierhilfsmittel (beispielsweise Wasser, Wasserglas, Polyethylenglycol, nichtionische Tenside, anionische Tenside, Polycarboxylatcopolymer) zugesetzt werden.

[0033] Für die Verwendung als grobteiliges Alkalischichtsilicat sind Agglomerate bevorzugt. Diese werden bevorzugt in kornaufbauenden Mischer hergestellt, z.B. in Lödige-Pflugscharmischer, Eyrichmischer, Schugi-Mischer mit nachgeschaltetem Fließbettrockner usw. Wahlweise können hier Granulierhilfsmittel (bis zu 30 Gew.-%) oder andere Waschmittelinhaltsstoffe zugesetzt werden wie z.B. Wasser, Wasserglas, Polyethylenglycol, nichtionische Tenside, anionische Tenside, Polycarboxylatcopolymer, Soil-release-Polymer und andere.

[0034] Für die Herstellung des grobteiliges Alkalischichtsilicates via Agglomeration wird bevorzugt Alkalischichtsilicat feingemahlen (auf $d_{50} < 50 \mu\text{m}$). Geeignete Apparate hierfür sind beispielsweise: Kugel-, Pendelrollen-, Walzen-, Luftstrahl-, Hammer- und Prallmühlen. Wahlweise können Mahlhilfsstoffe zugesetzt werden. Besonders bevorzugt wird auch Normalpulver ($50 \leq d_{50} < 500 \mu\text{m}$) eingesetzt. Bevorzugt können auch die vorgenannten Pressgranulate fein gemahlen (auf $d_{50} \leq 50 \mu\text{m}$) werden.

[0035] Die vorliegende Erfindung betrifft auch ein Verfahren zur Herstellung eines granularen Alkalischichtsilicat-Compounds, dadurch gekennzeichnet, daß man ein Alkalischichtsilicat mit einem Farbstoff mischt und anschließend ein Additiv aufsprüht und wahlweise nachtrocknet.

[0036] Bevorzugt wird dabei das Additiv in Mischung mit Wasser und/oder einem Lösungsvermittler aufgesprüht und wahlweise nachgetrocknet.

[0037] Die vorliegende Erfindung betrifft schließlich auch ein Wasch- und Reinigungsmittel, enthaltend ein erfindungsgemäßes granulares Alkalischichtsilicat-Compound.

[0038] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel

0,1 bis 80 Gew.-% des granularen Alkalischichtsilicat-Compounds

0 bis 92 Gew.-% Cobuilder

0 bis 37 Gew.-% Tensid

0 bis 53 Gew.-% bleichaktive Agenzien

0 bis 30 Gew.-% weiteres Schichtsilicat

0 bis 46 Gew.-% Elektrolytlieferant.

[0039] Bevorzugt liegt das Wasch- und Reinigungsmittel in Tablettenform vor.

[0040] Für die Herstellung des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds aus grobteiligem Alkalischichtsilicat, Farbstoff und Additiv werden bevorzugt Mischer und Bedingungen eingesetzt, die geeignet sind die Ausgangskornstruktur des Schichtsilicates nur möglichst wenig zu verändern. Besonderes Augenmerk muss darauf verwendet werden, den Feinanteil kleiner als $250 \mu\text{m}$ nur möglichst wenig zu erhöhen. Hierzu kommen bevorzugt Mischer der Fa. Schugi-Hosokawa (z.B. Typ Flexomix 160) zum Einsatz, bevorzugt mit nachgeschaltetem Batch-Fließbett, um den Wassergehalt gezielt einstellen zu können.

[0041] Weitere geeignete Mischer sind Mischer der Firmen Hauff und Telschig, die nach dem Freifallprinzip arbeiten und der Fa. Nauta, in denen das Mischgut nach dem Archimedes-Prinzip durch eine Schnecke umwälzt wird.

[0042] Bevorzugt wird der Farbstoff trocken mit dem grobkörnigen Schichtsilicat vorgemischt. Danach wird das Additiv, gegebenenfalls in Mischung mit Wasser und/oder Lösungsvermittler aufgesprüht.

[0043] Eine weitere bevorzugte Ausgestaltung ist, den Farbstoff im Additiv selbst, in einer Mischung von Additiv und Wasser oder einer Mischung von Additiv, Wasser und Lösungsvermittler zu lösen. Diese Farbstofflösung wird auf das reine grobteilige Alkalischichtsilicat gesprüht und untergemischt.

[0044] Besonders bevorzugt ist auch, die drei Komponenten grobteiliges Alkalischichtsilicat, Farbstoff und Additiv, letzteres gegebenenfalls in Mischung mit Lösungsvermittler und/oder Wasser, jede für sich allein aber alle gleichzeitig, in den Mischer zu dosieren. Dies geschieht bevorzugt in einem Mischer der Fa. Schugi-Hosokawa oder der Fa. Hauff.

[0045] Die Erfindung betrifft - wie vorgenannt beschrieben - auch ein Wasch- und Reinigungsmittel, welches ein erfindungsgemäßes granulares Alkalischichtsilicat-Compound enthält. Hierfür stellen die nachstehend aufgeführten Zusammensetzungen eine beispielhafte Auswahl dar.

[0046] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel

0,1 bis 80 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds

ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe.

[0047] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel

0,5 bis 15 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds

ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe.

[0048] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel

1 bis 9 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe.

[0049] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel

0,1 bis 80 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds

0 bis 92 Gew.-% Cobuilder

ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe.

[0050] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel

0,5 bis 15 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds

9 bis 75 Gew.-% Cobuilder

ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe.

[0051] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel

1 bis 9 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds 12,5 bis 62 Gew.-% Cobuilder

ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe.

[0052] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel

0,1 bis 80 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds

0 bis 37 Gew.-% Tensid

ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe.

[0053] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel

0,5 bis 15 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds

1,5 bis 31 Gew.-% Tensid

ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe.

[0054] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel

1 bis 9 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds 2 bis 19 Gew.-% Tensid

ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe.

[0055] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel

0,1 bis 80 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds

0 bis 53 Gew.-% bleichaktive Agenzien

ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe.

[0056] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel

0,5 bis 15 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds

1 bis 23 Gew.-% bleichaktive Agenzien

ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe.

[0057] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel

1 bis 9 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds 5 bis 20 Gew.-% bleichaktive Agen-

zien

ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe.

[0058] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel

0,1 bis 80 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds

0 bis 50 Gew.-% weiteres Schichtsilicat

ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe.

[0059] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel

0,5 bis 15 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds

4 bis 30 Gew.-% weiteres Schichtsilicat

ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe.

[0060] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel

1 bis 9 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds 5 bis 20 Gew.-% weiteres Schicht-

silicat

ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe.

[0061] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel

0,1 bis 80 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds

0 bis 46 Gew.-% Elektrolytlieferant

ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe.

[0062] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel

0,5 bis 15 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds

4 bis 34 Gew.-% Elektrolytlieferant

ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe.

[0063] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel

1 bis 9 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds 6 bis 23 Gew.-% Elektrolytlieferant

ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe.

[0064] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel

0,1 bis 80 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds

0 bis 92 Gew.-% Cobuilder

0 bis 37 Gew.-% Tensid

ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe.

[0065] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel

0,5 bis 15 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds

9 bis 75 Gew.-% Cobuilder

1,5 bis 31 Gew.-% Tensid

ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe.

[0066] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel

1 bis 9 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds 12,5 bis 62 Gew.-% Cobuilder

2 bis 19 Gew.-% Tensid

ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe.

[0067] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel

0,1 bis 80 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds

0 bis 92 Gew.-% Cobuilder

0 bis 53 Gew.-% bleichaktive Agenzien

ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe.

[0068] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel

0,5 bis 15 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds

9 bis 75 Gew.-% Cobuilder

1 bis 23 Gew.-% bleichaktive Agenzien

ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe.

[0069] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel

1 bis 9 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds 12,5 bis 62 Gew.-% Cobuilder

5 bis 20 Gew.-% bleichaktive Agenzien

ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe.

[0070] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel

0,1 bis 80 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds

0 bis 92 Gew.-% Cobuilder

0 bis 37 Gew.-% Tensid

0 bis 53 Gew.-% bleichaktive Agenzien

ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe.

[0071] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel

0,5 bis 15 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds

9 bis 75 Gew.-% Cobuilder

1,5 bis 31 Gew.-% Tensid

1 bis 23 Gew.-% bleichaktive Agenzien

ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe.

[0072] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel

1 bis 9 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds 12,5 bis 62 Gew.-% Cobuilder

2 bis 19 Gew.-% Tensid

5 bis 20 Gew.-% bleichaktive Agenzien

ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe.

[0073] Bevorzugt handelt es sich bei dem Cobuilder um kristalline Aluminosilikate, mono-, oligo- oder polymere Carbonsäuren, Phosphonate, Alkalicarbonat, Alkalihydroxide, Alkaliortho-, Alkalipyro-, Alkalipolyphosphate, kristalline Alkalisilikate mit einem Kristallgitter ohne Schichtstruktur und/oder feste oder flüssige amorphe Alkalisilikate.

[0074] Bevorzugt handelt es sich bei den bleichaktiven Agenzien um Perborat, Percarbonat, Persulfat, Bleichaktivatoren (z.B. TAED, Nitrilquats), Bleichkatalysatoren, organische Peroxide und/oder Enzyme. Geeignete Enzyme sind z.B. Oxidasen, Peroxidasen und Reduktasen.

[0075] Bevorzugt handelt es sich bei den Tensiden um anionische, kationische, nichtionische und/oder zwitterionische Tenside.

[0076] Bevorzugt handelt es sich bei den Elektrolytlieferanten z.B. um Sulfate, Nitrate, Chlorate, Perchlorate, Chloride, Acetate, Formiate, Lactate, Tosylate und/oder Borate.

[0077] Bevorzugt handelt es sich bei den weiteren Schichtsilicaten um Alkalischichtsilicate mit der chemischen Zusammensetzung gemäß dem Stand der Technik, die nicht in dem erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-

Compound enthalten sind. Besonders bevorzugt liegen sie in pressgranulierter, Normalpulver-, feingemahlener Pulver- oder feingemahlener Granulatform vor. Besonders bevorzugt können sie auch in Compounds mit Copolymer, anionischen oder nichtionischen Tensiden etc. enthalten sein.

[0078] Bei den vorgenannten Wasch- und Reinigungsmitteln kann das erfindungsgemäße granulare Alkalischichtsilicat-Compound bevorzugt zu 0,1 bis 80 Gew.-%, besonders bevorzugt zu 0,5 bis 15 Gew.-% bzw. zu 1 bis 9 Gew.-% enthalten sein.

[0079] Die erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds können erfindungsgemäß Verwendung finden in Wasch- und Reinigungsmitteln. Die vorgenannten Wasch- und Reinigungsmittel, Wasserenthärter und Maschinengeschirreiniger können in Pulverform, Granulatform und Tablettenform eingesetzt werden.

[0080] Die erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds erzeugen in pulverförmigen Wasch- und Reinigungsmitteln farbige Körner.

[0081] Bevorzugt sind hier pulverförmige Voll-, Color- und Spezialwaschmittel. Vollwaschmittel sind ausgewogene Formulierungen mit dem Ziel einer möglichst hohen Waschwirkung. Colorwaschmittel sollen vor allem Farbstoffen schonen hinsichtlich Ausbleichen und Verwaschen der Farben und Verfilzen der Fasern. Spezialwaschmittel zielen auf enge Anwendungsgebiete wie Fleckensalze, Gardinenwaschmittel, Wollwaschmittel und andere.

[0082] Die erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds können weiterhin Anwendung finden in Wasserenthärtern, die vor allem in Regionen mit hoher Wasserhärte einen leistungssteigernden Effekt auf das Waschergebnis und einen Schutzeffekt hinsichtlich der Waschmaschine besitzen.

[0083] Weitere Anwendungen für die erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds sind Maschinengeschirreiniger. Hier sind sie vor allem wegen ihrer guten Schmutzdispergierung, ihrer hohen Alkalität und ihrer ausgezeichneten Schutzwirkung gegen Korrosion von Gläsern geeignet. Für Maschinengeschirreinigeranwendungen werden bevorzugt schwach schäumende EO/PO-Addukte als Additive eingesetzt.

[0084] Bevorzugt sind auch tablettenförmige Wasch- und Reinigungsmittel, z.B. Voll-, Color-, Spezialwaschmittel, Maschinengeschirreiniger, Fleckensalze und/oder Wasserenthärter. Die erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds erzeugen in tablettenförmigen Wasch- und Reinigungsmitteln farbige Sprengel. Eine weitere Ausgestaltung ist in Mehrphasentabs nur einzelne Anteile der Tablette mit Sprengeln zu versehen oder einzelne Anteile überwiegend oder vollständig homogen einzufärben.

[0085] Bei Tabletten kann die Form zylinderförmig, quaderförmig oder auch weitgehend beliebige geometrische Formen annehmen. Im Falle des Zylinders kann das Verhältnis von Radius zu Höhe zwischen 0,25 bis 4 zu 1 betragen. Der Pressdruck kann zwischen 12 und 0,3 kN/cm² betragen. Bevorzugt ist auch die mehrstufige Verpressung zur Erlangung von Mehrphasentabs. Hierbei werden beliebig viele Schichten in mehreren Schritten nacheinander aufeinander gepresst, so dass sich mehrere Schichten ergeben. Besonders bevorzugt ist bei zweischichtigen Tabletten ein Volumenverhältnis der beiden Schichten von 1 zu 10 bis 10 zu 1.

[0086] Bestimmung der Kornverteilung durch Siebanalyse:

In eine Siebmaschine der Fa. Retsch werden die Einsätze mit gewünschten Sieben eingesetzt. Dabei nimmt die Maschenweite der Siebe von oben nach unten ab. 50 g des zu untersuchenden Pulvers werden auf das weiteste Sieb aufgegeben. Durch die Schwingbewegung der Siebmaschine wird das Pulvermaterial durch die verschiedenen Siebe befördert. Die Rückstände auf den Sieben werden ausgewogen und rechnerisch auf die Materialeinwaage bezogen. Aus den Werten kann der d₅₀-Wert berechnet werden. Werte, die nach dieser Methode bestimmt wurden, sind in den Beispielen gekennzeichnet.

Bestimmung der Farbwerte

[0087] Als Farbmessgerät wird der Typ Luci 100 der Fa. Dr. Lange eingesetzt. Die Farbwerte werden im System nach Hunter (CIE-LAB-System) angegeben. L-Werte gehen von 0 (schwarz) bis 100 (weiß), a-Werte von -a (grün) bis +a (rot) und b-Werte von -b (blau) bis +b (gelb). Je größer negativ der b-Wert also ist, desto intensiver blau ist das untersuchte Material.

Herstellung der Testwaschmittel:

[0088] Die optischen Aufheller werden in einem Viertel der Alkylethoxylat (AE)-Menge angerührt und im Haushalts-Multimixer (Fa. Braun) mit der Hälfte der Soda- bzw. Bicarbonatmenge gemischt. Im Pflugscharmischer der Fa. Lödige wird der Restmenge Soda bzw. Bicarbonat und die Gesamtmenge Zeolith und Polymer 15 Minuten bei 300 U/Min. gemischt. Dann wird die Hälfte des verbliebenen AE in 5 Minuten aufgesprüht. Dann wird gegebenenfalls sonstiges Schichtsilicat zugegeben und 10 Minuten gemischt. Dann wird die restliche zweite Hälfte AE in weiteren 5 Minuten aufgesprüht. Schließlich werden LAS, Seife, Antischaum, Phosphonat und Compound mit optischem Aufheller zugegeben und 10 Minuten bei 300 U/Min. nachgemischt. Im Taumelmischer wird die Mischung aus dem Lödigemischer unter geringer Scherbelastung mit Perborat, TAED, Enzymen und Alkalischichtsilicat-Compound versetzt und 5 Minu-

ten vermischt.

Tablettierung von Waschmitteln:

- 5 **[0089]** Zur Tablettierung wird die Waschmittelformulierung gemischt und mit einer Tablettenpresse der Fa. Matra in die entsprechende Form gepresst. Der Pressdruck kann zwischen 12 und 0,3 kN/cm² betragen. Der Pressling hat die Maße Höhe 18mm, Durchmesser 41 mm.

Herstellung der Maschinengeschirreiniger:

- 10 **[0090]** In einem Pflugscharmischer der Fa. Lödige wurden die festen Komponenten vorgelegt und gut gemischt. Dann wird das Alkylethoxylat aufgesprüht. Enzyme, Parfüm, Percarbonat oder Perborat und TAED werden zum Schluss untergemischt.

- 15 Beispiel 1 (Vergleich)

[0091] Es wurde ein Sprengmittelgranulat hergestellt, das 14,91 % Cellulose, 84,9 % Alkalischichtsilicat und 0,19 % Sandolan Blau E-HRL 180 enthielt. Der L-Wert betrug 61,4, der b-Wert -13,23.

- 20 Beispiel 2 (Vergleich)

[0092] In einem Telschig-Mischer wurden 900 kg SKS-6 Granulat mit 2,7 kg Sandolan Blau E-HRL 180 gemischt. Die Zusammensetzung dieser Vormischung und ihre analytischen Daten sind in der Tabelle 1 angegeben.

- 25 Beispiel 3 (Vergleich)

[0093] In einem Mischer der Fa. Schugi (Typ Flexomix 160) mit nachgeschaltetem Batch-Fließbett wurde die Vormischung aus Beispiel 2 mit einer Lösung von Glycerin und Wasser vermischt und nachgetrocknet. Die Zusammensetzung und die analytischen Daten der Mischung sind in der Tabelle 1 angegeben.

- 30 Beispiel 4

[0094] In einem Mischer der Fa. Schugi (Typ Flexomix 160) mit nachgeschaltetem Batch-Fließbett wurde eine trockene Vormischung, die wie in Beispiel 2 hergestellt wurde, mit einer Lösung von Genapol UD 110 und Wasser vermischt und nachgetrocknet. Die Zusammensetzung und die analytischen Daten der Mischung sind in der Tabelle 1 angegeben. L- und b-Werte zeigen an, dass die Farbe deutlich intensiver war als die der Materialien der Vergleichsbeispiele 1, 2 und 3.

- 40 Beispiel 5

[0095] In einem Mischer der Fa. Schugi (Typ Flexomix 160) mit nachgeschaltetem Batch-Fließbett wurde eine trockene Vormischung, die wie in Beispiel 2 hergestellt wurde, mit einer Lösung von Genapol OA 080, Wasser und Iso-propanol vermischt und nachgetrocknet. Die Zusammensetzung und die analytischen Daten der Mischung sind in der Tabelle 1 angegeben. L- und b-Wert zeigen an, dass die Farbe deutlich intensiver war als die der Materialien der Vergleichsbeispiele 1, 2 und 3.

- 45 Beispiel 6

[0096] In einem Mischer der Fa. Schugi (Typ Flexomix 160) mit nachgeschaltetem Batch-Fließbett wurden direkt SKS-6 Granulat, Farbstoff und eine Lösung von Genapol UD 110 und Wasser miteinander vermischt und nachgetrocknet. Die Zusammensetzung und die analytischen Daten der Mischung sind in der Tabelle 1 angegeben. L- und b-Wert zeigen an, dass die Farbe deutlich intensiver war als die der Materialien der Vergleichsbeispiele 1, 2 und 3.

- 55 Beispiel 7

[0097] In einem Mischer der Fa. Schugi (Typ Flexomix 160) mit nachgeschaltetem Batch-Fließbett wurden direkt SKS-6 Pulver mit einem mittleren Teilchendurchmesser von ca 140 µm, Farbstoff und eine saure Lösung von Polycarboxylat (45 %ig, Acrylsäure-Maleinsäure-Copolymer, Fa. Stockhausen) vermischt und nachgetrocknet. Die Zusam-

mensetzung und die analytischen Daten der Mischung sind in der Tabelle 1 angegeben. L- und b-Wert zeigen an, dass die Farbe deutlich intensiver war als die der Materialien der Vergleichsbeispiele 1, 2 und 3.

Beispiel 8

[0098] In einem Mischer der Fa. Schugi (Typ Flexomix 160) mit nachgeschaltetem Batch-Fließbett wurde SKS-6 Granulat mit einer Lösung von Farbstoff, Genapol UD 110 und Wasser vermischt und nachgetrocknet. Die Zusammensetzung und die analytischen Daten der Mischung sind in der Tabelle 1 angegeben. L- und b-Wert zeigen an, dass die Farbe deutlich intensiver war als die der Materialien der Vergleichsbeispiele 1, 2 und 3.

Beispiel 9

[0099] In einem Freifallmischer der Fa. Hauff wurde eine Vormischung, die wie in Beispiel 2, nur mit weniger Farbstoff, hergestellt wurde, mit einer erhöhten Menge einer Lösung von Genapol UD 110 und Wasser vermischt. Die Zusammensetzung und die analytischen Daten der Mischung sind in der Tabelle 1 angegeben. L- und b-Wert zeigen an, dass die Farbe deutlich intensiver war als die der Materialien der Vergleichsbeispiele 1, 2 und 3.

Beispiel 10

[0100] In einem Mischer der Fa. Schugi (Typ Flexomix 160) mit nachgeschaltetem Batch-Fließbett wurde eine trockene Vormischung, die wie in Beispiel 2, nur mit weniger Farbstoff hergestellt wurde, mit einer erhöhten Menge einer Lösung von Genapol UD 110 vermischt. Die Zusammensetzung und die analytischen Daten der Mischung sind in der Tabelle 1 angegeben. L- und b-Wert zeigen an, dass die Farbe trotz geringeren Farbstoffeinsatzes deutlich intensiver war als die der Materialien der Vergleichsbeispiele 1, 2 und 3.

Beispiel 11

[0101] In einem Freifallmischer der Fa. Hauff wurde wie in Beispiel 9 eine Vormischung aus 900kg SKS-6 Granulat mit 1,8kg Sandolan MFBL (grün), die wie in Beispiel 2 hergestellt wurde, mit einer erhöhten Menge einer Lösung von Genapol UD 110 und Wasser vermischt. Die Zusammensetzung und die analytischen Daten sind in Tabelle 1 angegeben.

Beispiel 12

[0102] In einem Freifallmischer der Fa. Hauff wurde wie in Beispiel 9 eine Vormischung aus 900kg SKS-6 Granulat mit 1,8kg Vitasin chinolingelb 70 (gelb), die wie in Beispiel 2 hergestellt wurde, mit einer erhöhten Menge einer Lösung von Genapol OA 080, Isopropanol und Wasser vermischt. Die Zusammensetzung und die analytischen Daten sind in Tabelle 1 angegeben.

Beispiel 13

[0103] In einem Freifallmischer der Fa. Hauff wurde wie in Beispiel 9 eine Vormischung aus 900kg SKS-6 Granulat mit 1,8kg Sandolan NBG 125 (brillantrot), die wie in Beispiel 2 hergestellt wurde, mit einer erhöhten Menge einer Lösung von Genapol 2909, Isopropanol und Wasser vermischt. Die Zusammensetzung und die analytischen Daten sind in Tabelle 1 angegeben.

Beispiel 14

[0104] Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Testwaschmittel" und der Rezeptur in Tabelle 2 wurde ein Test-Vollwaschmittel mit 0,5 % Alkalischichtsilicat-Compound aus Beispiel 9 hergestellt.

Beispiel 15

[0105] Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Testwaschmittel" und der Rezeptur in Tabelle 2 wurde ein Test-Vollwaschmittel mit 0,1 % Alkalischichtsilicat-Compound aus Beispiel 9 hergestellt.

Beispiel 16

[0106] Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Testwaschmittel" und der Rezeptur in Tabelle 2 wurde ein Test-Vollwaschmittel mit 1 % Alkalischichtsilicat-Compound aus Beispiel 9 hergestellt.

Beispiel 17

[0107] Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Testwaschmittel" und der Rezeptur in Tabelle 2 wurde ein Test-Vollwaschmittel mit 11 % Alkalischichtsilicat-Compound aus Beispiel 9 hergestellt.

Beispiel 18

[0108] Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Testwaschmittel" und der Rezeptur in Tabelle 2 wurde ein Test-Vollwaschmittel mit 1 % Alkalischichtsilicat-Compound aus Beispiel 9 hergestellt.

Beispiel 19

[0109] Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Testwaschmittel" und der Rezeptur in Tabelle 2 wurde ein Phosphat-haltiges Test-Vollwaschmittel mit 0,2% Alkalischichtsilicat-Compound aus Beispiel 9 hergestellt.

Beispiel 20

[0110] Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Testwaschmittel" und der Rezeptur in Tabelle 2 wurde ein Test-Colorwaschmittel mit 1% Alkalischichtsilicat-Compound aus Beispiel 9 hergestellt.

Beispiel 21

[0111] Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Testwaschmittel" und der Rezeptur in Tabelle 2 wurde ein Test-Wasserenthärter mit 15% Alkalischichtsilicat-Compound aus Beispiel 9 hergestellt.

Beispiel 22

[0112] Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Testwaschmittel" und der Rezeptur in Tabelle 2 wurde ein Test-Fleckensalz mit 9 % Alkalischichtsilicat-Compound aus Beispiel 9 hergestellt.

Beispiele 23 bis 25

[0113] Entsprechend den allgemeinen Vorschriften "Herstellung der Testwaschmittel", "Tablettierung von Waschmitteln" und den Rezepturen in Tabelle 3 wurden mit unterschiedlichen Mengen Alkalischichtsilicat-Compound aus Beispiel 9 Waschmitteltabs gepresst.

Beispiel 26

[0114] Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Testwaschmittel" und der Rezeptur in Tabelle 3 wurde ein Test-Waschmittel mit 0,2 % Alkalischichtsilicat-Compound aus Beispiel 9 hergestellt.

Beispiel 27

[0115] Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Testwaschmittel" und der Rezeptur in Tabelle 3 wurde ein Test-Waschmittel mit 1 % Alkalischichtsilicat-Compound aus Beispiel 9 hergestellt.

Beispiel 28

[0116] Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Testwaschmittel" und der Rezeptur in Tabelle 3 wurde ein Test-Waschmittel mit 5 % Alkalischichtsilicat-Compound aus Beispiel 9 hergestellt.

Beispiel 29

[0117] Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Testwaschmittel" und der Rezeptur in Tabelle 3 wurde ein Test-Waschmittel mit 4 % Alkalischichtsilicat-Compound aus Beispiel 9 hergestellt.

Beispiel 30

[0118] Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Testwaschmittel" und der Rezeptur in Tabelle 3 wurde ein Test-Waschmittel mit 7 % Alkalischichtsilicat-Compound aus Beispiel 9 hergestellt.

Beispiel 31

[0119] Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Testwaschmittel" und der Rezeptur in Tabelle 3 wurde ein Test-Waschmittel mit 5 % Alkalischichtsilicat-Compound aus Beispiel 9 hergestellt.

Beispiele 32 bis 37

[0120] Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Maschinengeschirreiniger" und den Rezepturen in Tabelle 4 wurden Maschinengeschirreiniger mit unterschiedlichen Mengen Alkalischichtsilicat-Compound aus Beispiel 13 hergestellt.

Beispiel 38

[0121] Ein Maschinengeschirreinigergel wurde hergestellt, indem man mit einem Dispergator (Ultraturrax, Fa. Hanke und Kunkel) Wasserglas, Phosphat, Soda, Natriumhydroxid, Phosphonat, Polymer, Alkansulfonat untermischt. Alkalischichtsilicat-Compound aus Beispiel 11 und Natriumhypochlorit werden zum Schluss kurz untergemischt (Tabelle 4).

Tabelle 1

Beispiele		2 Vgl.	3Vgl.	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
Einsatzmengen [kg]													
Schicht silicat	Granulat	900	900	900	900	900	-	900	900	900	900	900	900
	Pulver	-	-	-	-	-	900	-	-	-	-	-	-
Farbstoff	Sandolan blau E-HRL 180	2,7	2,7	2,7	2,7	2,7	3,5	2,7	1,8	1,4	-	-	-
	Sandolan MFBL	-	-	-	-	-	-	-	-	-	1,8	-	-
	Vitasin ch.gelb 70	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	1,8	-
	Sandolan NBG 125	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	1,8
Additiv	Glycerin	-	6,3	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	Genapol UD110	-	-	6,3	-	6,3	-	6,3	14	42,3	14	-	-
	Genapol OAA 080	-	-	-	6,3	-	-	-	-	-	-	14	-
	Genapol 2909	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	14
	Polycarb-oxylat	-	-	-	-	-	523	-	-	-	-	-	-
Wasser		-	36	36	36	36	-	36	50	-	50	50	50
Isopropanol		-	-	-	1,53	-	-	-	-	-	-	2,2	2,2
Produktzusammensetzung [%]													
Silicat		98,3	93,9	94,1	93,9	95,2	73,3	94,0	91,9	94,0	91,9	92,1	92,0

Tabelle 1 (fortgesetzt)

Beispiele	2 Vgl.	3Vgl.	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
Farbstoff	0,30	0,29	0,29	0,29	0,29	0,29	0,29	0,28	0,15	0,19	0,19	0,19
Additiv	-	0,7	0,7	0,7	0,7	19,2	0,7	1,4	4,5	1,4	1,5	1,5
Wasser	1,4	5,1	4,9	5,1	3,8	7,2	5,0	6,4	1,3	6,5	6,3	6,4
Hunter-L	60,1	57,3	51,2	48,9	49,5	50,1	43,9	46,6	45,6	66,8	81,4	47,5
Hunter-a	-3,34	-4,63	-3,6	-2,95	-4,96	-5,01	-3,34	-3,31	-3,34	-25	4,9	51,8
Hunter-b	-13,5	-12,9	-22,7	-23,2	-21,6	-22,8	-23,4	-26,7	-26,1	8	24,2	14,6
d50 [mm]	0,781	0,765	0,635	0,732	0,74	0,647	0,687	0,704	0,722	0,650	0,675	0,643
>1,4 mm [%]	9,8	9,01	2,9	5	7,2	4,4	4,3	5,8	8,7	4,5	6,3	3,9
<0,25mm [%]	0,41	0,8	7,1	3,1	4	7,6	9,4	6,5	1,4	9,7	8,8	9,9

EP 1 113 068 A2

Tabelle 2

Beispiele	14 [%]	15 [%]	16 [%]	17 [%]	18 [%]	19 [%]	20 [%]	21 [%]	22 [%]
Zeolith A	34,5	24	24	24 -	-	-	30	40	-
Phosphat 1	-	-	-	-	-	25	-	-	-
SKS-6	-	10,9	10,0	-	50	10	10	-	-
Cpd. aus Bsp. 9	0,5	0,1	1,0	11	1	0,2	1	15	9
Polymer 1	3	3	3	3	3	-	7 7	-	-
Soda	16	16	16	16	-	-	-	15	9
Bicarbonat	-	-	-	-	9	-	18	5	-
Perborat mh	18	18	18	18	-	-	-	-	-
Perborat th	-	-	-	-	-	20	-	-	-
Percarbonat	-	-	-	-	18	-	-	-	40
TAED 1	5	5	5	5	5	-	-	-	13
LAS	9	9	9	9	-	6,7	8	-	5
AE 1	4	4	4	4	4	2,0	10	2	-
AE2	4	4	4	4	4	-	-	-	-
Seife	1	1	1	1	1	-	1	2	1
Antischaum	1	1	1	1	1	0,6	1	-	-
Enzym 1	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	0,6	1,5	-	-
Enzym 3	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	0,6	1,5	-	-
Opt. Aufheller	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,2	-	-	-
Phosphonat 1	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,1	0,2	-	-
Citronensäure	-	-	-	-	-	-	2	5	-
PVP	-	-	-	-	-	-	1	-	-
SRP	-	-	-	-	-	-	0,8	-	-
CMC	-	-	-	-	-	-	1	-	-
Sulfat	-	-	-	-	-	34	7	9	23
Dosierung [g]	72	72	72	72	72	135	72	30	40

Tabelle 3

Beispiele	23 [%]	24 [%]	25 [%]	26 [%]	27 [%]	28 [%]	29 [%]	30 [%]	31 [%]
Zeolith A	-	15	15	31	31	31	30	-	-
SKS-6	30	15	11 1	15	10	-	-	5	-
Cpd. aus Bsp. 9	0,1	1	5	0,2	1	5	4	7	5
Polymer 1	4	4	4	5	5	5	3	2	2
Soda	12	12	-	5	10	15	40	29	76
Bicarbonat	5	5	14	-	-	-	-	-	-
Perborat mh	-	-	-	-	-	-	-	-	3

EP 1 113 068 A2

Tabelle 3 (fortgesetzt)

Beispiele	23 [%]	24 [%]	25 [%]	26 [%]	27 [%]	28 [%]	29 [%]	30 [%]	31 [%]
Perborat th	-	-	-	-	-	-	-	-	2
Percarbonat	12	12	12	-	-	-	-	-	-
TAED 1	4	4	4	-	-	-	-	-	-
LAS	7	7	7	10	30	-	7	6	-
Alkansulfonat	-	-	-	-	-	-	9	5	8
AE 1	-	-	-	15	4	18	3	-	4
AE2	-	-	-	10	3	-	-	-	-
AE 3	4	4	3	-	-	-	-	-	-
Seife	-	-	-	-	-	13	-	-	-
Enzym 1	-	-	-	1,5	0,5	0,5	0,2	-	-
Enzym 3	-	-	-	1,5	0,5	0,5	0,3	-	-
Opt. Aufheller	-	-	-	-	0,5	-	-	-	-
Citronensäure	6	6	15	-	-	-	-	-	-
Sulfat	-	-	10	5,8	4,5	12	4	-	-
Chlorid	-	-	-	-	-	-	-	46	-
Cellulose	-	7	-	-	-	-	-	-	-
Acetat th	15,9	8,0	-	-	-	-	-	-	-
Dosierung [g]	2*40	2*40	2*40	0,5g/l	0,5g/l	0,5g/l	80	80	150

Tabelle 4

Beispiele	32 [%]	33 [%]	34 [%]	35 [%]	36 [%]	37 [%]	38 [%]
Phosphat 2	-	-	25	47	20	-	-
Phosphat 3	-	-	-	-	-	-	22
Metasilicat ph	-	-	-	-	47	-	-
SKS-6	19,5	4,0	13	-	-	-	5
Cpd. aus Bsp. 9	0,5	1	2	8	3	80	1
Soda	23	33	30	25	17	-	1
Natriumhydroxid	-	-	-	-	8	-	1
Citrat th	30	35	-	-	-	-	-
Percarbonat	10	10	-	-	-	18	-
Perborat mh	-	-	10	10	-	-	-
NaDCC	-	-	-	-	1	-	-
Polymer 2	7	7	7	3	-	-	-
Polymer 3	-	-	-	-	-	-	2
TAED 2	5	5	2	2	-	-	-
Enzym 2 2	1	1	1	1	-	-	-

EP 1 113 068 A2

Tabelle 4 (fortgesetzt)

Beispiele	32 [%]	33 [%]	34 [%]	35 [%]	36 [%]	37 [%]	38 [%]
Enzym 4	2	2	2	2	-	-	-
AE4	1,5	1,5	1,5	1,5	4	2	-
Parfüm	0,5	0,5	0,5	0,5	-	-	-
Phosphonat 2	-	-	-	-	-	-	1
Alkansulfonat	-	-	-	-	-	-	2
Wasserglas	-	-	-	-	-	-	36
Hypochlorit	-	-	-	-	-	-	9
Sulfat	-	-	6	-	-	-	-
Wasser	-	-	-	-	-	-	20
Dosierung [g]	20	20	20	20	2 g/l	60	40

Eingesetzte Substanzen:

[0122]

25	AE 1:	Genapol OAA 080, Fa. Clariant
	AE 2:	Genapol OAA 040, Fa. Clariant
	AE 3:	Genagen 81MEE100, Fa. Clariant
	AE 4:	Genapol 2822, Fa. Clariant
	Acetat th:	Natriumacetat trihydrat, Fa. Riedel-de Haen
30	Alkansulfonat:	Hostapur SAS 60, Fa. Clariant
	Antischaum:	11 .Plv.ASP3, Fa. Wacker
	Bicarbonat:	Fa. Solvay
	Citrat th :	Trinatriumcitrat trihydrat, Fa. Jungbunzlauer
	Citronensäure:	von Fa. Jungbunzlauer
35	Cellulose:	Arbocell, Fa. Rettenmaier
	CMC:	Tylose 2000, Fa. Clariant
	Enzym 1:	Termamyl 60T, Fa. Solvay Enzymes
	Enzym 2	Termamyl 120T, Fa. Solvay Enzymes
	Enzym 3:	Savinase 6.0 TW, Fa. Solvay Enzymes
40	Enzym 4	Savinase 6.0 TW, Fa. Solvay Enzymes
	Hypochlorit:	Natriumhypochlorit, Celanese GmbH
	LAS:	Marlon ARL, Fa. Hüls
	Metasilicat ph:	Metasilicat pentahydrat, Fa. van Baerle
	NaDCC:	Natriumdichlordiisocyanurat, Fa. Olin Chemicals
45	Natriumchlorid	Fa. Merck KGaA
	Natriumhydroxid:	Microprills 100%, Fa. Riedel-de Haen
	Optischer Aufheller:	Tinopal CBS-X, Fa. Ciba
	Parfüm:	Citronenparfüm 78122D, Fa. Orissa
	Perborat mh:	Perboratmonohydrat, Fa. Degussa
50	Perborat th:	Perborat tetrahydrat, Fa. Degussa
	Percarbonat:	Oxyper C, Fa. Solvay Interlox
	Phosphat 1:	Natriumtripolyphosphat von Fa. Thermphos Intl.
	Phosphat 2:	Makrophos 1018, Fa. BK Giulini
	Phosphat 3:	Thermphos NW grob
55	Phosphonat 1:	Dequest 2041, Fa. Monsanto
	Phosphonat 2:	Dequest 200, Fa. Monsanto
	Polymer 1:	Sokalan CP5 Pulver, Fa. BASF
	Polymer 2:	Sokalan CP45, Fa. BASF

EP 1 113 068 A2

Polymer 3:	Sokalan CP5 flüssig, Fa. BASF
PVP:	Polyvinylpyrrolidon, Sokalan HP50, Fa. BASF
Seife:	Liga Grundseife HM11E
Soda:	Schwersoda, Fa. Matthes&Weber
5 SRP:	Soil release Polymer, SRC 1, Fa. Clariant
Sulfat:	von Fa. Solvay
TAED 1:	TAED 4049, Fa. Clariant
TAED 2:	TAED 3873, Fa. Clariant
Wasserglas:	45,5% Aktivsubstanz, Modul 2,0, Fa. Clariant France
10 Zeolith A:	Wessalith P, Fa. Degussa

Patentansprüche

- 15 1. Granulares Alkalischichtsilicat-Compound, dadurch gekennzeichnet, daß es ein kristallines Alkalischichtsilicat, einen Farbstoff und ein Additiv enthält.
2. Granulares Alkalischichtsilicat-Compound nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß es 68-99,79 Gew.-% Alkalischichtsilicat, 0,01-2 Gew.-% Farbstoff, 0,1-15 Gew.-% Additive und 0,1-15 Gew.-% Wasser enthält.
- 20 3. Granulares Alkalischichtsilicat-Compound nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß es 84-98,95 Gew.-% Alkalischichtsilicat, 0,05-1 Gew.-% Farbstoff, 0,5-5 Gew.-% Additive und 0,5-10 Gew.-% Wasser enthält.
- 25 4. Granulares Alkalischichtsilicat-Compound nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß es sich bei dem Farbstoff um einen oxidationsstabilen und/oder alkalistabilen Farbstoff und/oder Pigmente handelt.
- 30 5. Granulares Alkalischichtsilicat-Compound nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß es sich bei den Additiven um Alkylalkoxylate, Gluconamide, Alkylpolyglycoside, Alkylesteralkoxylate, Oligoglycole, Polyglycole, Monoalkylglycolether, Monoalkyloligoglycolether, Monoalkylpolyglycolether, Dialkylglycolether, Dialkyloligoglycolether, Dialkylpolyglycolether, Oligocarboxylate und/oder Polycarboxylate handelt.
- 35 6. Granulares Alkalischichtsilicat-Compound nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß es sich bei den Alkylalkoxylaten um Alkylethoxylate und/oder EO-PO-Alkoxylate handelt.
7. Granulares Alkalischichtsilicat-Compound nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß es einen mittleren Teilchendurchmesser von 400 bis 900 µm aufweist.
- 40 8. Verfahren zur Herstellung eines granularen Alkalischichtsilicat-Compounds nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß man ein Alkalischichtsilicat mit einem Farbstoff mischt und anschließend ein Additiv aufsprüht und wahlweise nachtrocknet.
- 45 9. Verfahren zur Herstellung eines granularen Alkalischichtsilicat-Compounds nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß man das Additiv in Mischung mit Wasser und/oder einem Lösungsvermittler aufsprüht und wahlweise nachtrocknet.
- 50 10. Wasch- und Reinigungsmittel, enthaltend ein granularen Alkalischichtsilicat-Compound nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 7.
- 55 11. Wasch- und Reinigungsmittel nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß es
 - 0,1 bis 80 Gew.-% des granularen Alkalischichtsilicat-Compounds
 - 0 bis 92 Gew.-% Cobuilder
 - 0 bis 37 Gew.-% Tensid
 - 0 bis 53 Gew.-% bleichaktive Agenzien
 - 0 bis 30 Gew.-% weiteres Schichtsilicat
 - 0 bis 46 Gew.-% Elektrolytlieferant enthält.

- 12.** Wasch- und Reinigungsmittel nach Anspruch 10 oder 11, dadurch gekennzeichnet, daß es in Tablettenform vorliegt.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55