



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



Veröffentlichungsnummer: **0 444 415 A1**

12

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

21 Anmeldenummer: **91100795.3**

51 Int. Cl.⁵: **C11D 3/08**

22 Anmeldetag: **23.01.91**

30 Priorität: **15.02.90 DE 4004626**

43 Veröffentlichungstag der Anmeldung:
04.09.91 Patentblatt 91/36

84 Benannte Vertragsstaaten:
AT BE CH DE DK ES FR GB GR IT LI LU NL SE

71 Anmelder: **HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT**
Brüningstrasse 50
W-6230 Frankfurt/Main 80(DE)

72 Erfinder: **Dany, Franz-Josef, Dr.**
Heddinghovener Strasse 47
W-5042 Erftstadt(DE)
Erfinder: **Gohla, Werner**
Rathausstrasse 73
W-5216 Niederkassel(DE)
Erfinder: **Kalteyer, Gerhard**
Laurentiusstrasse 8
W-5042 Erftstadt(DE)
Erfinder: **Kandler, Joachim, Dr.**
Amselweg 10
W-5042 Erftstadt(DE)
Erfinder: **Krämer, Hans**
Bachemer Strasse 134
W-5000 Köln(DE)

54 **Waschmittel.**

57 Ein Waschmittel mit 5 bis 50 Gew% mindestens eines Tensids, 0,5 bis 60 Gew% eines Gerüststoffes sowie üblichen Waschhilfsstoffen enthält als Gerüststoff ein amorphes, wasserarmes Natriumdisilikat mit einem Wassergehalt von 0,3 bis 6 Gew%, das vorzugsweise durch Teilentwässerung von handelsüblichem pulverförmigem, amorphem Natriumdisilikat mit einem Wassergehalt von 15 bis 23 Gew% hergestellt wurde.

EP 0 444 415 A1

Die Erfindung betrifft Waschmittel mit 5 bis 50 Gew%, vorzugsweise 10 bis 30 Gew%, mindestens eines Tensids, 0,5 bis 60 Gew% eines Gerüststoffes sowie üblichen Waschhilfsstoffen.

Es ist seit mehr als 80 Jahren Stand der Technik, Natriumsilikate, meist in Form ihrer wäßrigen Lösung, auch als Wasserglas bezeichnet, in Waschmittelformulierungen einzubauen.

5 Natriumsilikate wurden lange Zeit, vor allem in Verbindung mit Soda, als Gerüststoffe in Waschmitteln eingesetzt, im Laufe der modernen Waschmittelentwicklung jedoch durch Substanzen mit besseren Builder-eigenschaften, wie z.B. kondensierte Phosphate, abgelöst.

Aufgrund der in vielen Ländern Europas und der USA in Kraft getretenen restriktiven Waschmittelphosphat-Gesetzgebung ist heute Zeolith 4A in Verbindung mit Polycarboxylaten der Basis-
 10 Gerüststoff für viele Waschmittelprodukte. Der Zusatz von amorphem Natriumdisilikat in Form von Wasserglas oder als Pulver in einer Menge um 5 Gew% ist bei der Mehrzahl der gefertigten Waschmittel auch heute noch üblich. Die dem Natriumdisilikat zufallende Aufgabe beschränkt sich dabei nicht auf seine korrosionsinhibierende Wirkung. Es dient auch als Gerüststoff mit guten Absorptionseigenschaften für Flüssigbestandteile und verbessert aufgrund seiner dispergierenden Wirkung das Schmutztragevermögen
 15 der Waschlauge. Außerdem bindet es einen Teil der Härtebildner des Waschwassers und begünstigt auch dadurch das Waschergebnis.

Wie nun überraschend gefunden wurde, können die waschtechnischen Eigenschaften handelsüblicher Natriumdisilikate, welche normalerweise Wassergehalte von 15 - 23 Gew% aufweisen, wesentlich gesteigert werden, wenn man eine Teilentwässerung dieser Produkte vornimmt.

20 Zur Teilentwässerung derartiger Natriumdisilikate zu amorphen Natriumdisilikaten mit Wassergehalten von 0,3 bis 6 Gew%, vorzugsweise von 0,5 bis 2 Gew%, bringt man z.B. das pulverförmige amorphe Natriumdisilikat mit einem Wassergehalt von 15 bis 23 Gew% in einen geneigt angeordneten, mit Einrichtungen zur Bewegung von Feststoff ausgerüsteten Drehrohrofen ein, in dem man es mit Rauchgas bei Temperaturen von 250 bis zu 500 °C 1 bis 60 Minuten im Gegenstrom behandelt, wobei der
 25 Drehrohrofen derart isoliert ist, daß die Temperatur seiner Außenwand weniger als 60 °C beträgt. Das aus dem Drehrohrofen austretende amorphe Natriumdisilikat kann mit Hilfe eines mechanischen Brechers auf Korngrößen von 0,1 bis 12 mm zerkleinert werden. Vorzugsweise wird das zerkleinerte Natriumdisilikat mit einer Mühle auf Korngrößen von 2 bis 400 µm gemahlen, wobei die Mühle mit einer Umfangsgeschwindigkeit von 0,5 bis 60 m/s betrieben wird.

30 Im einzelnen ist das Waschmittel vorliegender Erfindung nunmehr dadurch gekennzeichnet, daß es als Gerüststoff ein amorphes, wasserarmes Natriumdisilikat mit einem Wassergehalt von 0,3 bis 6 Gew% enthält.

Darüber hinaus kann das Waschmittel der Erfindung wahlweise und bevorzugt dadurch gekennzeichnet sein, daß

- 35 a) das amorphe Natriumdisilikat 0,5 bis 2 Gew% Wasser enthält;
- b) das in ihm als Gerüststoff enthaltene amorphe, wasserarme Natriumdisilikat durch Teilentwässerung von handelsüblichem pulverförmigem, amorphem Natriumdisilikat mit einem Wassergehalt von 15 bis 23 Gew% hergestellt wurde;
- 40 c) das in ihm als Gerüststoff enthaltene amorphe, wasserarme Natriumdisilikat dadurch hergestellt wurde, daß man pulverförmiges, amorphes Natriumdisilikat mit einem Wassergehalt von 15 bis 23 Gew% in einem geneigt angeordneten, mit Einrichtungen zur Bewegung von Feststoff ausgerüsteten Drehrohrofen einbrachte, in welchem man es mit Rauchgas bei Temperaturen von 250 bis zu 500 °C 1 bis 60 Minuten im Gegenstrom behandelte, wobei der Drehrohrofen derart isoliert war, daß die Temperatur seiner Außenwand weniger als 60 °C betrug, und daß man das aus dem Drehrohrofen austretende amorphe
 45 Natriumdisilikat mit Hilfe eines mechanischen Brechers auf Korngrößen von 0,1 bis 12 mm zerkleinerte und anschließend mit einer Mühle auf Korngrößen von 2 bis 400 µm mahlte.

Ausgehend von einem handelsüblichen Natriumdisilikat mit einem Wassergehalt von 18 Gew% wurden folgende teilentwässerte Produkte hergestellt:

50

55

5

10

15

Beispiel	Wassergehalt (Gew% H ₂ O)
I (Ausgangsprodukt)	18
II	0,3
III	0,7
IV	1,5
V	3,1
VI	5

Nach dem Sprühnebelmischverfahren wurden entsprechend der nachstehenden Basisformulierung mit
20 den einzelnen Natriumdisilikat-Spezies (NaDS; Beispiele I - VI) Waschmittel gefertigt:

25

30

35

40

45

50

55

Waschmittelformulierungen		
Bestandteile	Gew%	
	A	B
NaDS · aq (Beispiel I-VI)	25 *)	45 *)
Na-Perborat Tetrahydrat	10,0	10,0
Na-Percarbonat	8,0	8,0
Anionische Tenside	12,0	12,0
Alkylbenzolsulfonat	7,5	7,5
Seife	4,5	4,5
Nichtionische Tenside (Fettalkoholethoxylate)	5,0	5,0
Polycarboxylat (Acrylsäure/ Maleinsäure MG ca. 60.000)	4,0	4,0
Celluloseether	2,0	2,0
Enzyme	0,5	0,5
optische Aufheller	0,2	0,2
Na-Sulfat, Wasser und Minderbestandteile	auf 100	auf 100

*) jeweils auf $\text{Na}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ berechnet

Jeweils 2,5 g bzw. 4,5 g der Na-Disilikate entsprechend den Beispielen I - VI wurden zwecks Feststellung ihres Wasserhärte-Bindevermögens (verbleibende Rest-Wasserhärte) in 1000 ml Wasser der Härte 18° dH gelöst, die Lösung genau 1/2 Stunde bei 60° C mittels eines Magnetrührers mit ca. 500 Upm gerührt, dann in Eiswasser schnell auf 20° C abgekühlt und anschließend über ein Membranfilter mit einer Porenweite von 0,45 µm vom unlöslichen Rückstand befreit. Die gleiche Prozedur wurde auch mit dem verwendeten Wasser von 18° dH ohne Na-Disilikat-Zusatz durchgeführt, um den Fehler zu eliminieren, der durch eine mögliche Ausfällung von Ca und Mg als Carbonat zustande käme.

In gleicher Weise wurden jeweils 10 g der Waschmittel auf der Grundlage vorstehender Basisformulierung mit Na-Disilikat entsprechend den Beispielen I-VI in Wasser von 18° dH gelöst und die Lösungen wie oben beschrieben behandelt. Die Basisformulierung ohne Na-Disilikat-Zusatz wurde als Blindprobe in die Versuchsreihe mit einbezogen.

In den Filtraten der einzelnen Lösungen sowie in dem identisch behandelten und filtrierten Wasser ohne Zusatz wurden mittels Atomabsorption die Rest-Gehalte an Calcium und Magnesium bestimmt, die in Tabelle 1 zusammengestellt sind:

T A B E L L E 1

Rest-Wasserhärte (mg Erdalkalimetall/1000 ml H ₂ O)						
Beispiel	Na ₂ Si ₂ O ₅ .aq (2,5 g/1000 ml H ₂ O)		Waschmittel A (10 g/1000 ml H ₂ O)		Na ₂ Si ₂ O ₅ .aq (4,5 g/1000 ml H ₂ O)	
	Ca	Mg	Ca	Mg	Ca	Mg
I Na ₂ Si ₂ O ₅ 18 % H ₂ O	18	5	22	5	17	5
II Na ₂ Si ₂ O ₅ 0,3 % H ₂ O	6	2	17	2	5	1
III Na ₂ Si ₂ O ₅ 0,7 % H ₂ O	2,5	< 1	12	1	3	1
IV Na ₂ Si ₂ O ₅ 1,5 % H ₂ O	3	1	12	1	3	1
V Na ₂ Si ₂ O ₅ 3,1 % H ₂ O	3,5	1	17	2	4	1
VI Na ₂ Si ₂ O ₅ 5 % H ₂ O	3,5	1,5	18	2	4	1
Blindproben: verwendetes Wasser	85	15	-	-	85	15
Basisformulierung (ohne Na ₂ Si ₂ O ₅ -Zusatz)	-	-	75	18	-	-
					72	19

Aus den gefundenen Werten für die Rest-Wasserhärte geht eindeutig die Überlegenheit der teilentwässerten Na-Disilikate (Beispiel II-VI) gegenüber den Ausgangsprodukten mit 18 Gew% H₂O (Beispiel I) hervor.

Da im allgemeinen ein höheres Vermögen, die Wasserhärte zu binden, auch eine Verbesserung der Waschergebnisse erwarten läßt, wurden mit den Waschmitteln (Typ A), die entsprechend den Beispielen I - IV mit den einzelnen Na-Disilikat-Spezies ausgestattet waren, Waschversuche in einer Haushaltswaschmaschine unter folgenden Bedingungen durchgeführt:

Waschmaschine: Miele TMT
 Temperatur: 60°C
 5 Wasserhärte: 18°dH
 Ballast: 3,75 kg unbeschmutztes Testgewebe
 Programm: Einlaugenverfahren
 10 Waschmitteldosierung: 175 g

Verwendete Testgewebe:

(EMPA = Eidgenössische Materialprüfungsanstalt St. Gallen, Schweiz;

WFK = Wäschereiforschung Krefeld)

15 a) Für Primärwaschwirkung (Schmutzentfernung und Bleiche):

EMPA BW 101 (Standard-Anschmutzung)

EMPA PE/BW 104 (Standard-Anschmutzung)

20

WFK BW 10C (Standard-Anschmutzung)

WFK BW 10G (Tee-Anschmutzung)

25

WFK PE/BW 20G (Tee-Anschmutzung)

b) Für Sekundärwaschwirkung:

EMPA - Baumwolle

WFK - Frottee

30 Die Prüfung der Primärwaschwirkung wurde mittels optischer Remissionsmessung vorgenommen und in Form der Remissionsdifferenz ausgedrückt, die sich aus der Differenz der Werte nach und vor dem Waschen ergibt:

35

$$\triangle R = R_n - R_v$$

$\triangle R$ = Remissionsdifferenz (%)

40

R_n = Remission nach dem Waschen (%)

R_v = Remission vor dem Waschen (%)

45 Der Aschewert, als Maß für die Gewebeinkrustation, wurde nach 25 Waschgängen bestimmt, indem der prozentuale Glührückstand bei 800°C ermittelt wurde.

In der Tabelle 2 sind die Waschergebnisse zusammengefaßt, die mit den Waschmitteln (Typ A) auf Basis der Na-Disilikate entsprechend den Beispielen I-VI erhalten wurden. Erwartungsgemäß zeigen die mit teilentwässertem Na-Disilikat ausgestatteten Waschmittel (Typ A) eine deutliche Überlegenheit gegenüber 50 der Waschmittelformulierung auf Basis des Ausgangsproduktes (Beispiel I, Na-Disilikat mit 18 % H₂O).

Die auf Basis der Beispiele I - VI hergestellten Waschmittel (Typ A) wurden auch einem Test zur Ermittlung der Lagerstabilität unterworfen. Hierbei wurden die einzelnen Waschmittelp Proben in geschlossenen Pappkartons (Wachs-Karton, Wasserdampfdurchlässigkeit: ca. 10 g m⁻² Tag⁻¹) in einem Klimaschrank bei 37°C und 70 % rel. Luftfeuchte 4 Wochen gelagert. Die Rieselfähigkeit wurde entsprechend Tabelle 3 55 beurteilt. Wie Tabelle 3 zu entnehmen ist, zeigen sich die Waschmittel (Typ A) auf Basis der erfindungsgemäßen teilentwässerten Produkte (Beispiele II - VI) klar überlegen, indem sie ihre Rieselfähigkeit mehr oder weniger beibehalten, während das handelsübliche Na-Disilikat (Beispiel I) unter den gewählten Lagerbedingungen vollkommen verhärtet.

T A B E L L E 2

Waschversuche (Einlaugenverfahren 60 °C / 18 °dH) Primärwaschwirkung (Schmutzentfernung/Bleiche)						
Formulierung (Typ A)	Remissionsdifferenz					
	EMPA		WFK	WFK		
	BW 101	PE/BW 104	BW 10C	BW 10G	PE/BW 20G	
I handelsübl. NaDS mit 18 % H ₂ O	16	21	20	16	27	
II (NaDS 0,3 % H ₂ O)	19	23	24	21	31	
III (NaDS 0,7 % H ₂ O)	21	25	25	23	34	
IV (NaDS 1,5 % H ₂ O)	22	27	25	24	35	
V (NaDS 3,1 % H ₂ O)	22	26	24	22	33	
VI (NaDS 5,0 % H ₂ O)	21	24	23	22	30	
Sekundärwaschwirkung (Gewebeasche) (Einlaugenverfahren 60 °C / 18 °dH - 25 Waschkzyklen)						
	EMPA - Baumwolle		WFK - Frottee			
I handelsübl. NaDS mit 18 % H ₂ O	5,5		7,1			
II (NaDS 0,3 % H ₂ O)	3,8		4,6			
III (NaDS 0,7 % H ₂ O)	3,1		4,5			
IV (NaDS 1,5 % H ₂ O)	2,4		4,2			
V (NaDS 3,1 % H ₂ O)	2,8		4,7			
VI (NaDS 5,0 % H ₂ O)	3,0		4,7			

T A B E L L E 3

Lagerstabilität der Waschmittelformulierungen I - VI (TYP A) (Bedingungen: 37 °C / 70 % rel. Luftfeuchte / 4 Wochen)	
Formulierung	
I handelsübl. NaDS mit 18 % H ₂ O	nicht rieselfähig (vollkommene Verhärtung)
II (NaDS 0,3 % H ₂ O)	rieselfähig
III (NaDS 0,7 % H ₂ O)	rieselfähig
IV (NaDS 1,5 % H ₂ O)	rieselfähig
V (NaDS 3,1 % H ₂ O)	noch rieselfähig, leichte Klumpenbildung
VI (NaDS 5,0 % H ₂ O)	bedingt rieselfähig, stärkere Verklumpung

Unter anionischen Tensiden sind die wasserlöslichen Salze höherer Fettsäuren oder Harzsäuren, wie Natrium- oder Kaliumseifen von Kokos-, Palmkern- oder Rüböl sowie von Talg und Gemischen davon zu verstehen. Weiterhin zählen dazu höhere alkylsubstituierte, aromatische Sulfonate, wie Alkylbenzolsulfonate mit 9 bis 14 C-Atomen im Alkylrest, Alkyl-naphthalinsulfonate, Alkyltoluolsulfonate, Alkylxylolsulfonate oder Alkylphenolsulfonate; Fettalkoholsulfate ($R-CH_2-O-SO_3Na$; $R = C_{11-17}$) oder Fettalkoholethersulfate, wie Alkalilaurylsulfat oder Alkali-hexadecylsulfat, Triethanolaminlaurylsulfat, Natrium- oder Kaliumoleylsulfat, Natrium- oder Kaliumsalze von mit 2 bis 6 Mol Ethylenoxid ethoxyliertem Laurylsulfat. Weitere geeignete anionische Tenside sind sekundäre lineare Alkansulfonate sowie α -Olefin-sulfonate mit einer Kettenlänge von 12-20 C-Atomen.

Unter nichtionischen Tensiden sind solche Verbindungen zu verstehen, die eine organische, hydrophobe Gruppe sowie einen hydrophilen Rest aufweisen, z.B. die Kondensationsprodukte von Alkylphenolen oder höheren Fettalkoholen mit Ethylenoxid (Fettalkoholethoxylate), die Kondensationsprodukte von Propylenglykol mit Ethylenoxid oder Propylenoxid, die Kondensationsprodukte von Ethylenoxid mit dem Reaktionsprodukt aus Ethylendiamin und Propylenoxid, sowie langkettige tertiäre Aminoxide



Schließlich umfassen Tenside mit zwitterionischem (ampholytischem) Charakter folgende Verbindungen: Derivate von aliphatischen, sekundären und tertiären Aminen oder quaternären Ammoniumverbindungen mit 8 bis 18 C-Atomen und einer hydrophilen Gruppe im aliphatischen Rest, wie z.B. Natrium-3-dodecylaminopropionat, Natrium-3-dodecylaminopropansulfonat, 3-(N,N-Dimethyl-N-hexadecyl-amino)propan-1-sulfonat oder Fettsäureaminoalkyl-N,N-dimethylacetobetain, wobei die Fettsäure 8 bis 18 C-Atome und der Alkylrest 1 - 3 C-Atome enthält.

Als Waschhilfsstoffe gemäß der Erfindung eignen sich schwach sauer, neutral oder alkalisch reagierende anorganische oder organische Salze, insbesondere anorganische oder organische Komplexbildner.

Brauchbare, schwach sauer, neutral oder alkalisch reagierende Salze sind beispielsweise die Bicarbonate oder Carbonate der Alkalien, weiterhin die Alkalisalze von organischen, nicht kapillaraktiven, 1 bis 8 C-Atome enthaltenden Sulfonsäuren, Carbonsäuren und Sulfocarbonsäuren. Hierzu gehören beispielsweise wasserlösliche Salze der Benzol-, Toluol- oder Xyloisulfonsäure, wasserlösliche Salze der Sulfoessigsäure, Sulfobenzoessäure oder Salze von Sulfodicarbonsäuren sowie die Salze der Essigsäure, Milchsäure, Zitronensäure, Weinsäure, Oxydiessigsäure ($\text{HOOC}-\text{CH}_2-\text{O}-\text{CH}_2-\text{COOH}$), Oxydibernsteinsäure, 1,2,3,4-Cyclopentantetracarbonsäure, Polycarboxylate, Polyacrylsäure und Polymaleinsäure. Zu den organischen Komplexbildnern gehören beispielsweise Nitrilotriessigsäure, Ethylendiamintetraessigsäure, N-Hydroxyethylethylendiamintetraessigsäure oder Polyalkylen-polyamin-N-polycarbonsäuren.

Waschhilfsstoffe gemäß der Erfindung umfassen ferner Produkte wie die Alkali- oder Ammoniumsalze der Schwefelsäure, Borsäure, Alkyl-, Hydroxyalkyl- oder Aminoalkylphosphonsäure sowie Bleichmittel, Stabilisatoren für Peroxidverbindungen (Bleichmittel) und wasserlösliche organische Komplexbildner.

Im einzelnen gehören zu den Bleichmitteln Natriumperboratmono- oder tetrahydrat, Na-Percarbonat, die Alkalisalze der Peroxomono- oder Peroxodischwefelsäure, die Alkalisalze der Peroxodiphosphorsäure ($\text{H}_4\text{P}_2\text{O}_8$), und Alkalisalze von Peroxocarbonsäuren, wie Diperoxododekandisäure. Als Stabilisatoren für diese Bleichmittel fungieren z.B. wasserlösliches, gefälltes Magnesiumsilikat, organische Komplexbildner wie die Alkalisalze der Iminodiessigsäure, Nitrilotriessigsäure, Ethylendiamintetraessigsäure, Methylendiphosphonsäure, 1-Hydroxyethan-1,1-diphosphonsäure und Nitrilotrismethylenphosphonsäure.

Waschhilfsstoffe, die das Schmutztragevermögen von Waschlotten erhöhen, wie Carboxymethylcellulose, Carboxymethylstärke, Methylcellulose oder Copolymere von Maleinsäureanhydrid mit Methylvinylether oder Acrylsäure, Schaumregulatoren, wie Mono- und Dialkylphosphorsäureester mit 16 bis 20 C-Atomen im Alkylrest sowie optische Aufheller, Desinfizienzien und Enzyme, wie Proteasen, Amylasen, Lipasen, können ebenfalls zusätzliche Bestandteile des Waschmittels der Erfindung sein.

Patentansprüche

- Waschmittel mit 5 bis 50 Gew% mindestens eines Tensids, 0,5 bis 60 Gew% eines Gerüststoffes sowie üblichen Waschhilfsstoffen, dadurch gekennzeichnet, daß es als Gerüststoff ein amorphes, wasserarmes Natriumdisilikat mit einem Wassergehalt von 0,3 bis 6 Gew% enthält.
- Waschmittel nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das amorphe Natriumdisilikat 0,5 bis 2 Gew% Wasser enthält.
- Waschmittel nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß das in ihm als Gerüststoff enthaltene amorphe, wasserarme Natriumdisilikat durch Teilentwässerung von handelsüblichem pulverförmigem, amorphem Natriumdisilikat mit einem Wassergehalt von 15 bis 23 Gew% hergestellt wurde.

4. Waschmittel nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß das in ihm als Gerüststoff enthaltene amorphe, wasserarme Natriumdisilikat dadurch hergestellt wurde, daß man pulverförmiges, amorphes Natriumdisilikat mit einem Wassergehalt von 15 bis 23 Gew% in einem geneigt angeordneten, mit Einrichtungen zur Bewegung von Feststoff ausgerüsteten Drehrohrofen einbrachte, in welchem man es mit Rauchgas bei Temperaturen von 250 bis zu 500 °C 1 bis 60 Minuten im Gegenstrom behandelte, wobei der Drehrohrofen derart isoliert war, daß die Temperatur seiner Außenwand weniger als 60 °C betrug, und daß man das aus dem Drehrohrofen austretende amorphe Natriumdisilikat mit Hilfe eines mechanischen Brechers auf Korngrößen von 0,1 bis 12 mm zerkleinerte und anschließend mit einer Mühle auf Korngrößen von 2 bis 400 µm mahlte.

Patentansprüche für folgenden Vertragsstaat: ES

1. Verfahren zur Herstellung eines Waschmittels, dadurch gekennzeichnet, daß man 5 bis 50 Gewichts% mindestens eines Tensids und 0,5 bis 60 Gewichts% amorphes, wasserarmes Natriumdisilikat mit einem Wassergehalt von 0,3 bis 6 Gewichts% als Gerüststoff zusammen mit üblichen Waschlfsstoffen intensiv vermischt.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das amorphe Natriumdisilikat 0,5 bis 2 Gewichts% Wasser enthält.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß das amorphe, wasserarme Natriumdisilikat durch Teilentwässerung von handelsüblichem pulverförmigem, amorphem Natriumdisilikat mit einem Wassergehalt von 15 bis 23 Gew% hergestellt wurde.
4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß das amorphe, wasserarme Natriumdisilikat erhalten wurde durch Einbringen des pulverförmigen, amorphen Natriumdisilikates mit einem Wassergehalt von 15 bis 23 Gew% in einen geneigt angeordneten, mit Einrichtungen zur Bewegung von Feststoff ausgerüsteten Drehrohrofen, durch 1 bis 60minütiges Behandeln im Drehrohrofen mit Rauchgas bei Temperaturen von 250 bis zu 500 °C im Gegenstrom, wobei der Drehrohrofen derart isoliert war, daß die Temperatur seiner Außenwand weniger als 60 °C betrug, sowie durch Zerkleinern des aus dem Drehrohrofen austretenden amorphen Natriumdisilikates mit Hilfe eines mechanischen Brechers auf Korngrößen von 0,1 bis 12 mm und anschließendes Mahlen auf Korngrößen von 2 bis 400 µm.



Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung

EP 91 10 0795

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl.5)
Y	US-A-4 077 897 (T.W. GAULT) * Beispiele; Ansprüche * -----	1	C 11 D 3/08
Y	GB-A-2 006 257 (PQ CORP.) * Seite 2, Zeilen 17-26; Ansprüche * -----	1	
Y	US-A-4 199 468 (B.D. BARFORD et al.) * Spalte 3, Zeilen 35-53; Ansprüche * -----	1	
A	FR-A-2 345 511 (PROCTER & GAMBLE) * Seite 21, Absatz 2; Anspruch 1 * -----	1	
A	CHEMICAL ABSTRACTS, Band 85, 1976, Seite 134, Zusammenfassung Nr. 65177n, Columbus, Ohio, US; & SU-A-513 000 (V.G. BATYGIN et al.) 05-05-1976 -----	1	
A	EP-A-0 256 679 (ICI) * Ansprüche * -----	1	
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl.5)
			C 11 D
Recherchenort		Abschlußdatum der Recherche	Prüfer
Den Haag		14 Juni 91	GOLLER P.
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			