

(19)



(11)

EP 4 574 946 A1

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(43) Veröffentlichungstag:
25.06.2025 Patentblatt 2025/26

(21) Anmeldenummer: **24212723.1**

(22) Anmeldetag: **13.11.2024**

(51) Internationale Patentklassifikation (IPC):
C11D 1/72 (2006.01) **C11D 3/10** (2006.01)
C11D 3/16 (2006.01) **C11D 3/20** (2006.01)
C11D 3/33 (2006.01) **C11D 3/37** (2006.01)
C11D 3/39 (2006.01) **C11D 17/00** (2006.01)

(52) Gemeinsame Patentklassifikation (CPC):
C11D 17/0073; C11D 1/72; C11D 3/10; C11D 3/16;
C11D 3/2086; C11D 3/33; C11D 3/3761;
C11D 3/3945

(84) Benannte Vertragsstaaten:
AL AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB
GR HR HU IE IS IT LI LT LU LV MC ME MK MT NL
NO PL PT RO RS SE SI SK SM TR
Benannte Erstreckungsstaaten:
BA
Benannte Validierungsstaaten:
GE KH MA MD TN

(30) Priorität: **18.12.2023 DE 102023212853**

(71) Anmelder: **Henkel AG & Co. KGaA**
40589 Düsseldorf (DE)

(72) Erfinder:
• **Singh, Jagdeep**
40547 Düsseldorf (DE)
• **Gebert-Schwarzwaelder, Antje**
41469 Neuss (DE)
• **Tollkötter, Alexander**
40721 Hilden (DE)
• **Paulus, Rainer**
40721 Hilden (DE)
• **Paulus, Thomas**
40597 Düsseldorf (DE)
• **Menke, Silke**
42781 Haan (DE)
• **Ottow, Claudia**
40878 Ratingen (DE)

(54) **HERSTELLVERFAHREN FÜR WASCH- ODER REINIGUNGSMITTELTABLETTE**

(57) Verfahren zur Herstellung einer Wasch- oder Reinigungsmitteltablette oder einer Wasch- oder Reinigungsmitteltablettentphase, umfassend die Schritte:

- i) Bereitstellen eines ersten pulverförmigen Vorgemischs, enthaltend, bezogen auf sein Gesamtgewicht
- a) 15 bis 55 Gew.-% Natriumcarbonat;
- b) 8 bis 32 Gew.-% Natriumpercarbonat;
- c) 8 bis 30 Gew.-% Methylglycindiessigsäure (MGDA) und ihre Salze;
- d) 0,2 bis 8 Gew.-% nichtionisches Tensid;
- e) 2 bis 18 Gew.-% wasch- oder reinigungsaktives Polymer;
- f) 0 bis 2 Gew.-% Citrat;

- durch Vermischen seiner Bestandteile;
- ii) optional Lagerung des pulverförmigen Vorgemischs;
- iii) Zuführen des pulverförmigen Vorgemischs zu einer Dosiervorrichtung einer Tablettenpresse;
- iv) Dosieren des pulverförmigen Vorgemischs in die Matrize des Matrizentisches der Tablettenpresse;
- v) Verpressen des pulverförmigen Vorgemischs in der Matrize mit einer Presskraft von 15 bis 50 kN;
- vi) Ausstoßen der Wasch- oder Reinigungsmitteltablette oder der Wasch- oder Reinigungsmitteltablettentphase aus der Matrize;
- vii) Optional Verpacken der Wasch- oder Reinigungsmitteltablette oder der Wasch- oder Reinigungsmitteltablettentphase.

EP 4 574 946 A1

Beschreibung

[0001] Die vorliegende Anmeldung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Wasch- oder Reinigungsmitteltabletten. Insbesondere betrifft die Anmeldung ein mehrstufiges Herstellungsverfahren, in dessen Verlauf ein spezifisches pulverförmiges Vorgemisch zu einer Wasch- oder Reinigungsmitteltablette oder eine Wasch- oder Reinigungsmitteltablettenphase verpresst wird.

[0002] An die Konfektions- und Angebotsformen von Wasch- oder Reinigungsmitteln werden sich kontinuierlich ändernde Anforderungen gestellt. Ein Hauptaugenmerk liegt dabei seit geraumer Zeit auf der bequemen Dosierung von Wasch- oder Reinigungsmitteln durch den Verbraucher und der Vereinfachung der zur Durchführung eines Wasch- oder Reinigungsverfahren notwendigen Arbeitsschritte. Eine Lösung bieten vorportionierte Wasch- oder Reinigungsmittel, beispielsweise Folienbeutel mit einer oder mehreren Aufnahmekammern für feste oder flüssige Zubereitungen oder Wasch- oder Reinigungsmitteltabletten.

[0003] Die Vorteile fester vorportionierter Wasch- oder Reinigungsmittel bestehen unter anderem in der weitgehenden Reduktion von nicht wasch- oder reinigungsaktiven Lösungsmitteln sowie, im Falle von Tabletten oder Gießkörpern, der zeitlich stabilen Raumform.

[0004] Ihre Anwendung finden Wasch- oder Reinigungsmitteltabletten bei der maschinellen Reinigung von Textilien oder Geschirr. Die Wasch- oder Reinigungsmitteltabletten werden hierzu beispielsweise über eine Dosierschublade, eine Dosierkammer oder eine Dosierhilfe in die wässrige Wasch- oder Reinigungsflotte eingebracht. Wesentlich für die wasch- oder reinigungsaktive Wirkung der Tablette ist deren zügiger Zerfall in der wässrigen Flotte und die schnelle Freisetzung der in der Tablette enthaltenen wasch- oder reinigungsaktiven Wirkstoffe. Ziel eines Verfahrens zur Herstellung von Wasch- oder Reinigungsmitteltabletten ist daher in der Regel, eine Tablette bereitzustellen, welche einerseits über eine ausreichende Härte, um während ihrer Verpackung, ihres Transports und der Handhabung durch den Verbraucher nicht zu zerbrechen, andererseits jedoch in der wässrigen Wasch- oder Reinigungsflotte schnell zerfällt.

[0005] Die europäische Patentanmeldung EP 711 828 A2 beschreibt die Herstellung von Wasch- oder Reinigungsmitteltabletten durch die Tablettierung Bindemittel-haltiger Vorgemische.

[0006] Die Tablettenhärte wird im Wesentlichen durch die bei der Verpressung des pulverförmigen Vorgemisches eingesetzte Kraft bestimmt. Mit steigender Kraft nimmt die Tablettenhärte zu, ihre Zerfallsneigung jedoch ab. Ein Ziel der Entwicklung von Verfahren zur Herstellung von Wasch- oder Reinigungsmitteltabletten ist es daher, pulverförmige Vorgemische für die Tablettierung bereitzustellen, welche sich bereits mit geringer Krafteinwirkung zu stabilen Wasch- oder Reinigungsmitteltabletten verpressen lassen. Die Herstellung dieser Vorgemische sollte mittels kostengünstiger und wenig energieintensiver Methoden erfolgen, insbesondere sollte das Tablettenvorgemisch nach seiner Herstellung ohne Lagerung oder Tempern tablettierfähig sein, im Falle einer Zwischenlagerung jedoch lagerfähig sein und während der Zwischenlagerung beispielsweise seine Rieselfähigkeit behalten und nicht aushärten.

[0007] Vor diesem Hintergrund bestand die Aufgabe der Anmeldung in der Bereitstellung eines Verfahrens zur effizienten Herstellung von Wasch- oder Reinigungsmitteltabletten, welches in einfacher und effizienter Weise die Herstellung von Tabletten mit ausreichender Härte bei gleichzeitig guten Zerfallseigenschaften ermöglicht.

[0008] Zur Lösung dieser Aufgabe eignet sich ein Verfahren zur Herstellung einer Wasch- oder Reinigungsmitteltablette oder einer Wasch- oder Reinigungsmitteltablettenphase, umfassend die Schritte:

i) Bereitstellen eines ersten pulverförmigen Vorgemischs, enthaltend, bezogen auf sein Gesamtgewicht

- a) 15 bis 55 Gew.-% Natriumcarbonat;
- b) 8 bis 32 Gew.-% Natriumpercarbonat;
- c) 8 bis 30 Gew.-% Methylglycindiessigsäure (MGDA) und ihre Salze;
- d) 0,2 bis 8 Gew.-% nichtionisches Tensid;
- e) 2 bis 18 Gew.-% wasch- oder reinigungsaktives Polymer;
- f) 0 bis 2 Gew.-% Citrat;

durch Vermischen seiner Bestandteile;

ii) optional Lagerung des pulverförmigen Vorgemischs;

iii) Zuführen des pulverförmigen Vorgemischs zu einer Dosiervorrichtung einer Tablettenpresse;

iv) Dosieren des pulverförmigen Vorgemischs in die Matrize der Matrizenstation der Tablettenpresse;

v) Verpressen des pulverförmigen Vorgemischs in der Matrize mit einer Presskraft von 15 bis 50 kN.

vi) Ausstoßen der Wasch- oder Reinigungsmitteltablette oder der Wasch- oder Reinigungsmitteltablettenphase aus der Matrize;

vii) optional Verpacken der Wasch- oder Reinigungsmitteltablette oder der Wasch- oder Reinigungsmitteltablettenphase.

[0009] Das beschriebene Verfahren dient der Herstellung von Wasch- oder Reinigungsmitteltabletten, also beispielsweise einphasigen, zweiphasigen, dreiphasigen oder vierphasigen Wasch- oder Reinigungsmitteltabletten, wobei eine Phase, zwei Phasen, drei Phasen oder alle Phasen der Wasch- oder Reinigungsmitteltabletten mittels dieses Verfahrens hergestellt werden können. Das Verfahren dient weiterhin aber auch der Herstellung von Wasch- oder Reinigungsmittelphasen, die nachfolgend beispielsweise durch Befüllung einer in der Wasch- oder Reinigungsmitteltablettenphasen befindlichen Mulde oder durch Kombination mit einem Pulver, einem Gel oder einer Flüssigkeit zu einem Wasch- oder Reinigungsmittel weiterverarbeitet werden.

[0010] Überraschenderweise hat sich herausgestellt, dass durch die spezifische Zusammensetzung des eingesetzten Tablettenvorgemisches auf eine Lagerung des Vorgemisches, wie sie beispielsweise bei vergleichbaren Rezepturen auf Basis alternativer Gerüststoffe benötigt wird, verzichtet werden kann. Das Vorgemisch ist auch ohne eine solche Lagerung riesel- und transportfähig und für die Verarbeitung in einer Tablettenschleuse geeignet. Insbesondere zeigt das Vorgemisch im Vergleich zu Rezepturen auf Basis alternativer Gerüststoffe eine verminderte Anhaftungsneigung an Behälterwänden und Tablettierwerkzeugen wie Stempeln oder Matrizen. Tablettierverfahren unter Einsatz dieses Vorgemisches zeichnen sich deshalb durch einen geringen Produktionsausschuss an fehlerhaften Tabletten und kürzere Wartungszeiten aus.

[0011] Weiterhin ermöglicht das spezifische Tablettenvorgemisch auch bei geringen Presskräften die Herstellung von Wasch- oder Reinigungsmitteltabletten oder Wasch- oder Reinigungsmitteltablettenphasen mit hohen Härten bei gleichzeitig ausreichenden Zerfallszeiten in wässrigen Flotten.

[0012] Kennzeichnend für das Verfahren ist der Einsatz eines Tablettenvorgemisches mit spezifischen Anteilen an Gerüststoffen.

[0013] Ein erster obligatorischer Gerüststoff ist das Natriumcarbonat, welches in dem Vorgemisch, bezogen auf dessen Gesamtgewicht, mit einem Gewichtsanteil von 15 bis 55 Gew.-% enthalten ist. Im Bezug auf die zuvor beschriebenen technischen Vorteile hat es sich als vorteilhaft erwiesen, wenn das erste pulverförmige Vorgemisch, bezogen auf sein Gesamtgewicht, 25 bis 55 Gew.-%, vorzugsweise 30 bis 50 Gew.-% Natriumcarbonat enthält.

[0014] Die Eigenschaften des ersten pulverförmigen Vorgemisches lassen sich weiterhin durch die Partikeldurchmesser der eingesetzten Gerüststoffe verbessern. Vorzugsweise beträgt der Gewichtsanteil der Partikel des Natriumcarbonats mit einem Partikeldurchmesser von 125 bis 2000 μm in dem ersten pulverförmigen Vorgemisch daher mehr als 70 Gew.-%, besonders bevorzugt mehr als 80 Gew.-% und insbesondere mehr als 85 Gew.-%. Ganz besonders bevorzugt sind erste pulverförmige Vorgemische, bei denen der Gewichtsanteil der Partikel des Natriumcarbonats mit einem Partikeldurchmesser von 200 bis 1600 μm mehr als 85 Gew.-% beträgt.

[0015] Neben dem Natriumcarbonat enthält das erste pulverförmige Vorgemisch als zweiten fakultativen Bestandteil 8 bis 32 Gew.-% Natriumpercarbonat. Technisch bevorzugte pulverförmige Vorgemische enthalten, bezogen auf ihr Gesamtgewicht, 10 bis 30 Gew.-%, insbesondere 12 bis 28 Gew.-% Natriumpercarbonat.

[0016] Wie zuvor für das Natriumcarbonat beschrieben hat auch der Partikeldurchmesser des Natriumpercarbonats zusätzlichen Einfluss auf die für die Lagerung, den Transport und die Tablettierung des Vorgemisches relevanten Eigenschaften. Aus diesem Grund beträgt der Gewichtsanteil der Partikel des Natriumpercarbonats mit einem Partikeldurchmesser von 125 bis 2000 μm in dem pulverförmigen Vorgemisch vorzugsweise mehr als 70 Gew.-%, besonders bevorzugt mehr als 80 Gew.-% und insbesondere mehr als 85 Gew.-%. Ganz besonders bevorzugt ist es, wenn der Gewichtsanteil der Partikel des Natriumpercarbonats mit einem Partikeldurchmesser von 200 bis 1600 μm in dem pulverförmigen Vorgemisch mehr als 85 Gew.-% beträgt.

[0017] Dritter wesentlicher Bestandteil des ersten pulverförmigen Vorgemisches ist die Methylglycindiessigsäure mit einem Gewichtsanteil von 8 bis 32 Gew.-%. Aufgrund ihrer Lager-, Transport- und Tablettiereigenschaften bevorzugte Vorgemische enthalten, bezogen auf ihr Gesamtgewicht, 10 bis 32 Gew.-%, besonders bevorzugt 12 bis 30 Gew.-% Methylglycindiessigsäure (MGDA) und deren Salze.

[0018] Das erste teilchenförmige Vorgemisch enthält weiterhin nichtionisches Tensid, vorzugsweise in Gewichtsanteilen von 0,4 bis 7 Gew.-%, insbesondere 0,8 bis 6 Gew.-%.

[0019] Geeignete nichtionische Tenside sind vorzugsweise bei Raumtemperatur fest. Als besonders geeignet haben sich nichtionische Tenside mit einem Schmelzpunkt oberhalb 30°C, insbesondere im Bereich von 40 bis 60°C erwiesen. Der Schmelzpunkt des Tensids (in °C) wird mithilfe der Differenzkalorimetrie (DSC) gemäß ISO-Norm 11357 bestimmt. Dabei wird als Schmelzpunkt im Sinne der Erfindung die mit der DSC im zweiten Heizlauf bestimmbare Peaktemperatur angesehen. Das ist die Temperatur, bei der der Scheitelpunkt/maximale Ausschlag (auf der y-Achse) im DSC-Diagramm vorliegt. Liegen mehrere Peaks - im Rahmen von 5% des im zweiten Heizlauf beobachteten Maximalausschlags - in einem Tensid (Handelsprodukt) vor, so wird die Temperatur des ersten Peaks als erfindungsgemäßer Schmelzpunkt angesehen.

[0020] Geeignete Tenside sind insbesondere lineare, gesättigte Fettsäurealkoholethoxylate mit 14 bis 18 C-Atomen in der Alkylkette und 10 bis 100 Ethylenoxideinheiten, welche bevorzugt nicht endgruppenverschlossen sind.

[0021] Als besonders geeignet haben sich nichtionische Tenside der Formel $\text{R}^1\text{O}[\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{O}]_x[\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O}]_y[\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{O}]_z\text{R}^2$ erwiesen, in der

- R¹ für einen linearen oder verzweigten aliphatischen Kohlenwasserstoffrest mit 4 bis 22 Kohlenstoffatomen steht,
- R² einen vorzugsweise hydroxylierten, linearen oder verzweigten Kohlenwasserstoffrest mit 2 bis 26 Kohlenstoffatomen bezeichnet,
- x und z für Werte von 0 bis 40 und
- y für einen Wert von mindestens 15 steht.

[0022] Mit besonderem Vorzug wird das nichtionische Tensid ausgewählt aus der Gruppe der Verbindungen mit der allgemeinen Formel $C_{4-22}-CH(OH)CH_2O-(EO)_{20-120}-C_{2-26}$, insbesondere aus der Gruppe der Verbindungen mit der allgemeinen Formel C_{8-12} Fettalkohol-(EO)₂₂₋₂-hydroxydecylether oder C_{4-22} Fettalkohol-(EO)₄₀₋₈₀-2-hydroxyalkylether.

[0023] Zur weiteren Verbesserung der Lager-, Transport- und Tablettierfähigkeit des Vorgemisches ist es vorteilhaft, in dem ersten pulverförmigen Vorgemisch das Gewichtsverhältnis von Natriumcarbonat und Natriumpercarbonat und Methylglycindiessigsäure (MGDA) und ihre Salze zu nichtionischem Tensid auf einen Bereich oberhalb 6:1, vorzugsweise oberhalb 12:1 und insbesondere oberhalb 18:1 einzustellen.

[0024] Bevorzugte erste pulverförmige Vorgemische enthalten, bezogen auf ihr Gesamtgewicht, weniger als 1 Gew.-%, vorzugsweise weniger als 0,5 Gew.-%, besonders bevorzugt weniger als 0,1 Gew.-% und insbesondere kein anionisches Tensid.

[0025] Als fünften wesentlichen Bestandteil umfasst das erste pulverförmige Vorgemisch 2 bis 18 Gew.-% wasch- oder reinigungsaktives Polymer, wobei pulverförmige Vorgemisch bevorzugt werden, welche, bezogen auf ihr Gesamtgewicht, 5 bis 16 Gew.-%, vorzugsweise 8 bis 15 Gew.-% wasch- oder reinigungsaktives Polymer enthalten.

[0026] Zur Gruppe der wasch- oder reinigungsaktiven Polymere zählen insbesondere die Polycarboxylate. Der wasch- oder reinigungsaktive Wirkstoff ist vorzugsweise ausgewählt aus der Gruppe der Polycarboxylate, vorzugsweise aus der Gruppe der homopolymeren Polycarboxylate.

[0027] Alternativ oder in Kombination mit den homopolymeren Polycarboxylaten enthalten bevorzugte pulverförmige Vorgemische copolymeren Polycarboxylate, besonders bevorzugt aus der Gruppe der Sulfonsäuregruppen-haltigen copolymeren Polycarboxylate und insbesondere aus der Gruppe der hydrophob modifizierten Sulfonsäuregruppen-haltigen copolymeren Polycarboxylate.

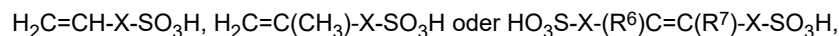
[0028] Die Copolymere können zwei, drei, vier oder mehr unterschiedliche Monomereinheiten aufweisen. Bevorzugte copolymeren Polysulfonate enthalten neben Sulfonsäuregruppen-haltigem(n) Monomer(en) wenigstens ein Monomer aus der Gruppe der ungesättigten Carbonsäuren.

[0029] Als ungesättigte Carbonsäure(n) wird/werden mit besonderem Vorzug ungesättigte Carbonsäuren der Formel $R^1(R^2)C=C(R^3)COOH$ eingesetzt, in der R¹ bis R³ unabhängig voneinander für -H, -CH₃, einen geradkettigen oder verzweigten gesättigten Alkylrest mit 2 bis 12 Kohlenstoffatomen, einen geradkettigen oder verzweigten, ein- oder mehrfach ungesättigten Alkenylrest mit 2 bis 12 Kohlenstoffatomen, mit -NH₂, -OH oder -COOH substituierte Alkyl- oder Alkenylreste wie vorstehend definiert oder für -COOH oder -COOR⁴ steht, wobei R⁴ ein gesättigter oder ungesättigter, geradkettiger oder verzweigter Kohlenwasserstoffrest mit 1 bis 12 Kohlenstoffatomen ist.

[0030] Besonders bevorzugte ungesättigte Carbonsäuren sind Acrylsäure, Methacrylsäure, Ethacrylsäure, α-Chloroacrylsäure, α-Cyanoacrylsäure, Crotonsäure, α-Phenyl-Acrylsäure, Maleinsäure, Maleinsäureanhydrid, Fumarsäure, Itaconsäure, Citraconsäure, Methylenmalonsäure, Sorbinsäure, Zimtsäure oder deren Mischungen. Einsetzbar sind selbstverständlich auch die ungesättigten Dicarbonsäuren.

[0031] Bei den Sulfonsäuregruppen-haltigen Monomeren sind solche der Formel $R^5(R^6)C=C(R^7)-X-SO_3H$ bevorzugt, in der R⁵ bis R⁷ unabhängig voneinander für -H, -CH₃, einen geradkettigen oder verzweigten gesättigten Alkylrest mit 2 bis 12 Kohlenstoffatomen, einen geradkettigen oder verzweigten, ein- oder mehrfach ungesättigten Alkenylrest mit 2 bis 12 Kohlenstoffatomen, mit -NH₂, -OH oder -COOH substituierte Alkyl- oder Alkenylreste oder für -COOH oder -COOR⁴ steht, wobei R⁴ ein gesättigter oder ungesättigter, geradkettiger oder verzweigter Kohlenwasserstoffrest mit 1 bis 12 Kohlenstoffatomen ist, und X für eine optional vorhandene Spacergruppe steht, die ausgewählt ist aus $-(CH_2)_n-$ mit n = 0 bis 4, $-COO-(CH_2)_k-$ mit k = 1 bis 6, $-C(O)-NH-C(CH_3)_2-$, $-C(O)-NH-C(CH_3)_2-CH_2-$ und $-C(O)-NH-CH(CH_3)-CH_2-$.

[0032] Unter diesen Monomeren bevorzugt sind solche der Formeln



in denen R⁶ und R⁷ unabhängig voneinander ausgewählt sind aus -H, -CH₃, -CH₂CH₃, -CH₂CH₂CH₃ und -CH(CH₃)₂ und X für eine optional vorhandene Spacergruppe steht, die ausgewählt ist aus $-(CH_2)_n-$ mit n = 0 bis 4, $-COO-(CH_2)_k-$ mit k = 1 bis 6, $-C(O)-NH-C(CH_3)_2-$, $-C(O)-NH-C(CH_3)_2-CH_2-$ und $-C(O)-NH-CH(CH_3)-CH_2-$.

[0033] Besonders bevorzugte Sulfonsäuregruppen-haltige Monomere sind dabei 1-Acrylamido-1-propansulfonsäure, 2-Acrylamido-2-propansulfonsäure, 2-Acrylamido-2-methyl-1-propansulfonsäure, 2-Methacrylamido-2-methyl-1-propansulfonsäure, 3-Methacrylamido-2-hydroxy-propansulfonsäure, Allylsulfonsäure, Methallylsulfonsäure, Allyloxybenzolsulfonsäure, Methallyloxybenzolsulfonsäure, 2-Hydroxy-3-(2-propenyloxy)propansulfonsäure, 2-Methyl-2-propen-1-sulfonsäure, Styrolsulfonsäure, Vinylsulfonsäure, 3-Sulfopropylacrylat, 3-Sulfopropylmethacrylat, Sulfomethacrylamid,

Sulfomethylmethacrylamid sowie Mischungen der genannten Säuren oder deren wasserlösliche Salze. In den Polymeren können die Sulfonsäuregruppen ganz oder teilweise in neutralisierter Form vorliegen, das heißt dass das acide Wasserstoffatom der Sulfonsäuregruppe in einigen oder allen Sulfonsäuregruppen gegen Metallionen, vorzugsweise Alkalimetallionen und insbesondere gegen Natriumionen, ausgetauscht sein kann. Der Einsatz von teil- oder vollneutralisierten Sulfonsäuregruppen-haltigen Copolymeren ist erfindungsgemäß bevorzugt.

[0034] Die Monomerenverteilung der erfindungsgemäß bevorzugt eingesetzten Copolymere beträgt bei Copolymeren, die nur Carbonsäuregruppen-haltige Monomere und Sulfonsäuregruppen-haltige Monomere enthalten, vorzugsweise jeweils 5 bis 95 Gew.-%, besonders bevorzugt beträgt der Anteil des Sulfonsäuregruppen-haltigen Monomers 50 bis 90 Gew.-% und der Anteil des Carbonsäuregruppen-haltigen Monomers 10 bis 50 Gew.-%, die Monomere sind hierbei vorzugsweise ausgewählt aus den zuvor genannten. Die Molmasse der erfindungsgemäß bevorzugt eingesetzten Sulfocopolymeren kann variiert werden, um die Eigenschaften der Polymere dem gewünschten Verwendungszweck anzupassen. Bevorzugte Reinigungsmittel sind dadurch gekennzeichnet, dass die Copolymere Molmassen von 2000 bis 200.000 g·mol⁻¹, vorzugsweise von 4000 bis 25.000 g·mol⁻¹ und insbesondere von 5000 bis 15.000 g·mol⁻¹ aufweisen.

[0035] In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform umfassen die Copolymere neben Carboxylgruppenhaltigem Monomer und Sulfonsäuregruppen-haltigem Monomer weiterhin wenigstens ein nichtionisches, vorzugsweise hydrophobes Monomer. Durch den Einsatz dieser hydrophob modifizierten Polymere konnte insbesondere die Klarspülleistung erfindungsgemäßer Geschirrspülmittel verbessert werden.

[0036] Besonders bevorzugt umfasst das pulverförmige erste Vorgemisch ein anionisches Copolymer, wobei als anionisches Copolymer ein Copolymer, umfassend

- i) Carbonsäuregruppen-haltige Monomere
- ii) Sulfonsäuregruppen-haltige Monomere
- iii) nichtionische Monomere, insbesondere hydrophobe Monomere eingesetzt wird.

[0037] Als nichtionische Monomere werden vorzugsweise Monomere der allgemeinen Formel R¹ (R²)C=C(R³)-X-R⁴ eingesetzt, in der R¹ bis R³ unabhängig voneinander für -H, -CH₃ oder -C₂H₅ steht, X für eine optional vorhandene Spacergruppe steht, die ausgewählt ist aus -CH₂-, -C(O)O- und -C(O)-NH-, und R⁴ für einen geradkettigen oder verzweigten gesättigten Alkylrest mit 2 bis 22 Kohlenstoffatomen oder für einen ungesättigten, vorzugsweise aromatischen Rest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen steht.

[0038] Besonders bevorzugte nichtionische Monomere sind Buten, Isobuten, Penten, 3-Methylbuten, 2-Methylbuten, Cyclopenten, Hexen, Hexen-1, 2-Methylpenten-1, 3-Methylpenten-1, Cyclohexen, Methylcyclopenten, Cyclohepten, Methylcyclohexen, 2,4,4-Trimethylpenten-1, 2,4,4-Trimethylpenten-2,2,3-Dimethylhexen-1, 2,4-Dimethylhexen-1, 2,5-Dimethylhexen-1, 3,5-Dimethylhexen-1, 4,4-Dimethylhexan-1, Ethylcyclohexyn, 1-Octen, α -Olefine mit 10 oder mehr Kohlenstoffatomen wie beispielsweise 1-Decen, 1-Dodecen, 1-Hexadecen, 1-Oktadecen und C₂₂- α -Olefin, 2-Styrol, α -Methylstyrol, 3-Methylstyrol, 4-Propylstyrol, 4-Cyclohexylstyrol, 4-Dodecylstyrol, 2-Ethyl-4-Benzylstyrol, 1-Vinylnaphthalin, 2-Vinylnaphthalin, Acrylsäuremethylester, Acrylsäureethylester, Acrylsäurepropylester, Acrylsäurebutylester, Acrylsäurepentylester, Acrylsäurehexylester, Methacrylsäuremethylester, N-(Methyl)acrylamid, Acrylsäure-2-Ethylhexylester, Methacrylsäure-2-Ethylhexylester, N-(2-Ethylhexyl)acrylamid, Acrylsäureoctylester, Methacrylsäureoctylester, N-(Octyl)acrylamid, Acrylsäurelaurylester, Methacrylsäurelaurylester, N-(Lauryl)acrylamid, Acrylsäurestearylester, Methacrylsäurestearylester, N-(Stearyl)acrylamid, Acrylsäurebehenylester, Methacrylsäurebehenylester und N-(Behenyl)acrylamid oder deren Mischungen, insbesondere Acrylsäure, Ethylacrylat, 2-Acrylamido-2-methylpropanesulfonsäure (AMPS) sowie deren Mischungen.

[0039] Der Gewichtsanteil des wasch- oder reinigungsaktiven Wirkstoffs aus der Gruppe der homopolymeren Polycarboxylate und der Sulfonsäuregruppen-haltigen copolymeren Polyacrylate am Gesamtgewicht des ersten pulverförmigen Vorgemischs beträgt vorzugsweise 2 bis 18 Gew.-%, besonders bevorzugt 5 bis 16 Gew.-% und insbesondere 8 bis 15 Gew.-%.

[0040] Bevorzugte erste teilchenförmige Vorgemische sind außer durch die zuvor beschriebenen fakultativen Bestandteile durch eine geringe rezepturelle Komplexität gekennzeichnet.

[0041] Bevorzugte erste pulverförmige Vorgemisch enthalten, bezogen auf ihr Gesamtgewicht, weniger als 1 Gew.-%, vorzugsweise weniger als 0,5 Gew.-%, besonders bevorzugt weniger als 0,1 Gew.-% und insbesondere kein Citrat. Der Verzicht auf den Einsatz von Citrat hat sich als für die Lager-, Transport- und Tablettierfähigkeit des Vorgemisches besonders vorteilhaft erwiesen.

[0042] Bevorzugte erste teilchenförmige Vorgemische enthalten weiterhin vorzugsweise kein Phosphat. Vorzugsweise ist das erste teilchenförmige Vorgemisch weiterhin frei von Phosphonat.

[0043] Wie eingangs ausgeführt zeichnen sich die in dem beschriebenen Verfahren hergestellten Wasch- oder Reinigungsmitteltabletten oder einer Wasch- oder Reinigungsmitteltablettenphasen bei einer für die Lagerung, den Transport und Gebrauch ausreichenden Härte durch gute Zerfallseigenschaften in wässrigen Flotten aus. Die in dem

beschriebenen Verfahren hergestellten Wasch- oder Reinigungsmitteltabletten oder einer Wasch- oder Reinigungsmitteltablettenphasen bedürfen aufgrund dieser vorteilhaften Eigenschaften weder des Zusatzes von Tablettierhilfsmitteln aus der Gruppe der Polyethylenglycole noch von Desintegrationshilfsmitteln aus der Gruppe der Sprengmittel.

[0044] In bevorzugten Verfahrensvarianten enthält das erste pulverförmige Vorgemisch, bezogen auf sein Gesamtgewicht, daher weniger als 2 Gew.-%, vorzugsweise weniger als 1 Gew.-%, besonders bevorzugt weniger als 0,1 Gew.-% und insbesondere kein Tablettierhilfsmittel aus der Gruppe der Polyethylenglycole.

[0045] Ebenso enthält das erste pulverförmige Vorgemisch, in bevorzugten Verfahrensvarianten bezogen auf sein Gesamtgewicht, weniger als 2 Gew.-%, vorzugsweise weniger als 1 Gew.-%, besonders bevorzugt weniger als 0,1 Gew.-% und insbesondere kein Desintegrationshilfsmittel aus der Gruppe der Sprengmittel, insbesondere der Cellulosebasierten Sprengmittel, sowie der Sprudelsysteme.

[0046] Für die Wasch- und Reinigungswirkung vorteilhaft hat sich der Zusatz von Enzymzubereitungen erwiesen. Der Gewichtsanteil der Enzymzubereitung am Gesamtgewicht des ersten pulverförmigen Vorgemisches beträgt vorzugsweise 0,2 bis 4 Gew.-%, besonders bevorzugt 0,4 bis 3 Gew.-% und insbesondere 0,8 bis 2,5 Gew.-%. Insbesondere der Einsatz verkapselter, mechanisch sensibler Enzymzubereitungen ist dem Verfahren aufgrund der geringen eingesetzten Presskraft besonders bevorzugt.

[0047] Die Zusammensetzung einiger bevorzugt hergestellter Wasch- oder Reinigungsmitteltabletten oder Wasch- oder Reinigungsmitteltablettenphasen kann den folgenden Tabellen entnommen werden (Angaben in Gew.-% bezogen auf das Gesamtgewicht der Zubereitung sofern nicht anders angegeben. Das Zeichen "-" steht für "frei von".)

	Formel 1	Formel 2	Formel 3	Formel 4
Natriumcarbonat	15 bis 55	25 bis 55	25 bis 55	30 bis 50
Natriumpercarbonat	8 bis 32	10 bis 30	10 bis 30	12 bis 28
Methylglycindiessigsäure und ihre Salze	8 bis 32	25 bis 55	25 bis 55	25 bis 55
nichtionisches Tensid	0,2 bis 8	0,4 bis 7	0,8 bis 6	0,8 bis 6
wasch- oder reinigungsaktives Polymer	2 bis 18	5 bis 16	8 bis 15	8 bis 15
Citrat	0 bis 2	0 bis 1	0 bis 0,5	--
Misc	ad 100	ad 100	ad 100	ad 100

	Formel 6	Formel 7	Formel 8	Formel 9
Natriumcarbonat	15 bis 55	25 bis 55	25 bis 55	30 bis 50
Natriumpercarbonat	8 bis 32	10 bis 30	10 bis 30	12 bis 28
Methylglycindiessigsäure und ihre Salze	8 bis 32	25 bis 55	25 bis 55	25 bis 55
nichtionisches Tensid ¹⁾	0,2 bis 8	0,4 bis 7	0,8 bis 6	0,8 bis 6
wasch- oder reinigungsaktives Polymer	2 bis 18	5 bis 16	8 bis 15	8 bis 15
Citrat	0 bis 2	0 bis 1	0 bis 0,5	--
Misc	ad 100	ad 100	ad 100	ad 100

	Formel 11	Formel 12	Formel 13	Formel 14
Natriumcarbonat	15 bis 55	25 bis 55	25 bis 55	30 bis 50
Natriumpercarbonat	8 bis 32	10 bis 30	10 bis 30	12 bis 28
Methylglycindiessigsäure und ihre Salze	8 bis 32	25 bis 55	25 bis 55	25 bis 55
nichtionisches Tensid	0,2 bis 8	0,4 bis 7	0,8 bis 6	0,8 bis 6
wasch- oder reinigungsaktives Polymer ²⁾	2 bis 18	5 bis 16	8 bis 15	8 bis 15
Citrat	0 bis 2	0 bis 1	0 bis 0,5	--
Misc	ad 100	ad 100	ad 100	ad 100

EP 4 574 946 A1

		Formel 16	Formel 17	Formel 18	Formel 19
	Natriumcarbonat	15 bis 55	25 bis 55	25 bis 55	30 bis 50
5	Natriumpercarbonat	8 bis 32	10 bis 30	10 bis 30	12 bis 28
	Methylglycindiessigsäure und ihre Salze	8 bis 32	25 bis 55	25 bis 55	25 bis 55
	nichtionisches Tensid ¹⁾	0,2 bis 8	0,4 bis 7	0,8 bis 6	0,8 bis 6
	wasch- oder reinigungsaktives Polymer ²⁾	2 bis 18	5 bis 16	8 bis 15	8 bis 15
10	Citrat	0 bis 2	0 bis 1	0 bis 0,5	--
	Misc	ad 100	ad 100	ad 100	ad 100

15		Formel 21	Formel 22	Formel 23	Formel 24
	Natriumcarbonat	15 bis 55	25 bis 55	25 bis 55	30 bis 50
	Natriumpercarbonat	8 bis 32	10 bis 30	10 bis 30	12 bis 28
	Methylglycindiessigsäure und ihre Salze	8 bis 32	25 bis 55	25 bis 55	25 bis 55
20	nichtionisches Tensid	0,2 bis 8	0,4 bis 7	0,8 bis 6	0,8 bis 6
	wasch- oder reinigungsaktives Polymer	2 bis 18	5 bis 16	8 bis 15	8 bis 15
	Citrat	0 bis 2	0 bis 1	0 bis 0,5	--
25	Phosphat, Phosphonat	--	--	--	--
	Misc	ad 100	ad 100	ad 100	ad 100
		Formel 26	Formel 27	Formel 28	Formel 29
	Natriumcarbonat	15 bis 55	25 bis 55	25 bis 55	30 bis 50
30	Natriumpercarbonat	8 bis 32	10 bis 30	10 bis 30	12 bis 28
	Methylglycindiessigsäure und ihre Salze	8 bis 32	25 bis 55	25 bis 55	25 bis 55
	nichtionisches Tensid ¹⁾	0,2 bis 8	0,4 bis 7	0,8 bis 6	0,8 bis 6
	wasch- oder reinigungsaktives Polymer	2 bis 18	5 bis 16	8 bis 15	8 bis 15
35	Citrat	0 bis 2	0 bis 1	0 bis 0,5	--
	Phosphat, Phosphonat	--	--	--	--
	Misc	ad 100	ad 100	ad 100	ad 100
40		Formel 31	Formel 32	Formel 33	Formel 34
	Natriumcarbonat	15 bis 55	25 bis 55	25 bis 55	30 bis 50
	Natriumpercarbonat	8 bis 32	10 bis 30	10 bis 30	12 bis 28
45	Methylglycindiessigsäure und ihre Salze	8 bis 32	25 bis 55	25 bis 55	25 bis 55
	nichtionisches Tensid	0,2 bis 8	0,4 bis 7	0,8 bis 6	0,8 bis 6
	wasch- oder reinigungsaktives Polymer ²⁾	2 bis 18	5 bis 16	8 bis 15	8 bis 15
	Citrat	0 bis 2	0 bis 1	0 bis 0,5	--
50	Phosphat, Phosphonat	--	--	--	--
	Misc	ad 100	ad 100	ad 100	ad 100
		Formel 36	Formel 37	Formel 38	Formel 39
55	Natriumcarbonat	15 bis 55	25 bis 55	25 bis 55	30 bis 50
	Natriumpercarbonat	8 bis 32	10 bis 30	10 bis 30	12 bis 28
	Methylglycindiessigsäure und ihre Salze	8 bis 32	25 bis 55	25 bis 55	25 bis 55
	nichtionisches Tensid ¹⁾	0,2 bis 8	0,4 bis 7	0,8 bis 6	0,8 bis 6

EP 4 574 946 A1

(fortgesetzt)

		Formel 36	Formel 37	Formel 38	Formel 39
5	wasch- oder reinigungsaktives Polymer ²⁾	2 bis 18	5 bis 16	8 bis 15	8 bis 15
	Citrat	0 bis 2	0 bis 1	0 bis 0,5	--
	Phosphat, Phosphonat	--	--	--	--
	Misc	ad 100	ad 100	ad 100	ad 100
10		Formel 41	Formel 42	Formel 43	Formel 44
	Natriumcarbonat	15 bis 55	25 bis 55	25 bis 55	30 bis 50
	Natriumpercarbonat	8 bis 32	10 bis 30	10 bis 30	12 bis 28
	Methylglycindiessigsäure und ihre Salze	8 bis 32	25 bis 55	25 bis 55	25 bis 55
15	nichtionisches Tensid	0,2 bis 8	0,4 bis 7	0,8 bis 6	0,8 bis 6
	wasch- oder reinigungsaktives Polymer	2 bis 18	5 bis 16	8 bis 15	8 bis 15
	Citrat	0 bis 2	0 bis 1	0 bis 0,5	--
20	Phosphat, Phosphonat	--	--	--	--
	Polyethylenglycol	0 bis 2	0 bis 1	0 bis 0,1	--
	Desintegrationshilfsmittel	0 bis 2	0 bis 1	0 bis 0,1	--
	Misc	ad 100	ad 100	ad 100	ad 100
25		Formel 46	Formel 47	Formel 48	Formel 49
	Natriumcarbonat	15 bis 55	25 bis 55	25 bis 55	30 bis 50
	Natriumpercarbonat	8 bis 32	10 bis 30	10 bis 30	12 bis 28
30	Methylglycindiessigsäure und ihre Salze	8 bis 32	25 bis 55	25 bis 55	25 bis 55
	nichtionisches Tensid ¹⁾	0,2 bis 8	0,4 bis 7	0,8 bis 6	0,8 bis 6
	wasch- oder reinigungsaktives Polymer	2 bis 18	5 bis 16	8 bis 15	8 bis 15
	Citrat	0 bis 2	0 bis 1	0 bis 0,5	--
35	Phosphat, Phosphonat	--	--	--	--
	Polyethylenglycol	0 bis 2	0 bis 1	0 bis 0,1	--
	Desintegrationshilfsmittel	0 bis 2	0 bis 1	0 bis 0,1	--
	Misc	ad 100	ad 100	ad 100	ad 100
40		Formel 51	Formel 52	Formel 53	Formel 54
	Natriumcarbonat	15 bis 55	25 bis 55	25 bis 55	30 bis 50
	Natriumpercarbonat	8 bis 32	10 bis 30	10 bis 30	12 bis 28
45	Methylglycindiessigsäure und ihre Salze	8 bis 32	25 bis 55	25 bis 55	25 bis 55
	nichtionisches Tensid	0,2 bis 8	0,4 bis 7	0,8 bis 6	0,8 bis 6
	wasch- oder reinigungsaktives Polymer ²⁾	2 bis 18	5 bis 16	8 bis 15	8 bis 15
50	Citrat	0 bis 2	0 bis 1	0 bis 0,5	--
	Phosphat, Phosphonat	--	--	--	--
	Polyethylenglycol	0 bis 2	0 bis 1	0 bis 0,1	--
	Desintegrationshilfsmittel	0 bis 2	0 bis 1	0 bis 0,1	--
55	Misc	ad 100	ad 100	ad 100	ad 100
		Formel 56	Formel 57	Formel 58	Formel 59
	Natriumcarbonat	15 bis 55	25 bis 55	25 bis 55	30 bis 50

(fortgesetzt)

	Formel 56	Formel 57	Formel 58	Formel 59
5 Natriumpercarbonat	8 bis 32	10 bis 30	10 bis 30	12 bis 28
Methylglycindiessigsäure und ihre Salze	8 bis 32	25 bis 55	25 bis 55	25 bis 55
nichtionisches Tensid ¹⁾	0,2 bis 8	0,4 bis 7	0,8 bis 6	0,8 bis 6
wasch- oder reinigungsaktives Polymer ²⁾	2 bis 18	5 bis 16	8 bis 15	8 bis 15
10 Citrat	0 bis 2	0 bis 1	0 bis 0,5	--
Phosphat, Phosphonat	--	--	--	--
Polyethylenglycol	0 bis 2	0 bis 1	0 bis 0,1	--
Desintegrationshilfsmittel	0 bis 2	0 bis 1	0 bis 0,1	--
15 Misc	ad 100	ad 100	ad 100	ad 100
¹⁾ nichtionisches Tensid ausgewählt aus der Gruppe der Verbindungen mit der allgemeinen Formel $C_{4-22}-CH(OH)CH_2O-(EO)_{20-120}-C_{2-26}$, insbesondere aus der Gruppe der Verbindungen mit der allgemeinen Formel C_{8-12} Fettalkohol-(EO)₂₂₋₂-hydroxydecylether oder C_{4-22} Fettalkohol-(EO)₄₀₋₈₀-2-hydroxyalkylether ²⁾ wasch- oder reinigungsaktives Polymer aus der Gruppe der homopolymeren Polycarboxylate und der hydrophob modifizierten Sulfonsäuregruppen-haltigen copolymeren Polycarboxylate				

[0048] Einer der technischen Vorteile des beschriebenen Verfahrens besteht in der unmittelbaren Transportier-, Dosier- und Tablettierbarkeit des in Schritt i) durch Vermischen seiner Bestandteile hergestellten ersten pulverförmigen Vorgemisches. Aufgrund höherer Verfahrenseffizienz und verringerter Herstellkosten werden Verfahrensvarianten bevorzugt, bei denen das erste pulverförmige Vorgemisch in Schritt ii) für einen Zeitraum von weniger als vier Stunden, vorzugsweise weniger als zwei Stunden, besonders bevorzugt weniger als 30 Minuten und insbesondere weniger als 10 Minuten gelagert wird. Ganz besonders bevorzugt sind Verfahrensvarianten, in deren Verlauf das erste pulverförmige Vorgemisch in Schritt i) durch Vermischen seiner Bestandteile bereitgestellt und ohne Lagerung direkt der Dosiervorrichtung zugeführt wird.

[0049] Auch wenn eine Lagerung des pulverförmigen Vorgemisches vor der Verpressung in Schritt v) aufgrund der vorteilhaften Eigenschaften des Vorgemisches nicht notwendig ist, so ist eine Lagerung dennoch möglich, ohne dass diese vorteilhaften Eigenschaften verloren gehen. In Abhängigkeit von der Prozessführung oder im Falle anhaltender Verfahrensunterbrechungen, beispielsweise bei Wartung oder Reparatur, kann eine solche längere Lagerung angezeigt sein. In einer bevorzugten Verfahrensalternative erfolgt in Schritt ii) eine Lagerung für einen Zeitraum bis zu 24 Stunden, vorzugsweise für einen Zeitraum von vier bis 24 Stunden, insbesondere von acht bis 24 Stunden.

[0050] Wird das pulverförmige Vorgemisch in Schritt ii) gelagert, so erfolgt die Lagerung vorzugsweise bei einer Temperatur von 10 bis 35°C.

[0051] Die Tablettierung kann in handelsüblichen Tablettenpressen erfolgen, die prinzipiell mit Einfach- oder Zweifachstempeln ausgerüstet sein können. Im letzteren Fall wird nicht nur der Oberstempel zum Druckaufbau verwendet, auch der Unterstempel bewegt sich während des Pressvorgangs auf den Oberstempel zu, während der Oberstempel nach unten drückt. Für kleine Produktionsmengen können statt der bevorzugten Rundläufertablettenpresse auch Exzentertablettenpressen verwendet werden, bei denen der oder die Stempel an einer Exzentrerscheibe befestigt sind, die ihrerseits an einer Achse mit einer bestimmten Umlaufgeschwindigkeit montiert ist. Die Bewegung dieser Pressstempel ist mit der Arbeitsweise eines üblichen Viertaktmotors vergleichbar. Die Verpressung kann mit je einem Ober- und Unterstempel erfolgen, es können aber auch mehrere Stempel an einer Exzentrerscheibe befestigt sein, wobei die Anzahl der Matrizenbohrungen entsprechend erweitert ist. Die Durchsätze von Exzenterpressen variieren je nach Typ von einigen hundert bis maximal 3000 Tabletten pro Stunde. Bevorzugte Verfahren bedienen sich einer Rundlauf-tablettenpresse.

[0052] Bei Exzenterpressen wird der Unterstempel während des Pressvorgangs im Regelfall nicht bewegt. Eine Folge hiervon ist, dass die resultierende Tablette einen Härtegradienten aufweist, d.h. in den Bereichen, die dem Oberstempel näherlagen, härter ist als in den Bereichen, die dem Unterstempel näherlagen.

[0053] Bei den Rundlauf-tablettenpressen sind auf einem so genannten Matrizentisch eine größere Anzahl von Matrizen kreisförmig angeordnet ist. Die Zahl der Matrizen variiert je nach Modell zwischen 6 und 55, wobei auch größere Matrizen im Handel erhältlich sind. Jeder Matrizentisch ist ein Ober- und Unterstempel zugeordnet, wobei wiederum der Pressdruck aktiv nur durch den Ober- bzw. Unterstempel, aber auch durch beide Stempel aufgebaut werden kann. Der Matrizentisch und die Stempel bewegen sich um eine gemeinsame senkrecht stehende Achse, wobei die Stempel mit Hilfe schienenartiger Kurvenbahnen während des Umlaufs in die Positionen für Befüllung, Verdichtung,

plastischen Verformung und Ausstoß gebracht werden. An den Stellen, an denen eine besonders gravierende Anhebung bzw. Absenkung der Stempel erforderlich ist (Befüllen, Verdichten, Ausstoßen), werden diese Kurvenbahnen durch zusätzliche Niederdruckstücke, Niederzugschienen und Aushebebahnen unterstützt.

[0054] Die Befüllung der Matrize in Schritt iii) erfolgt vorzugsweise über eine starr angeordnete Dosiervorrichtung, beispielsweise den so genannten Füllschuh, der mit einem Vorratsbehälter für das Vorgemisch verbunden ist. Der Pressdruck auf das Vorgemisch ist über die Presswege für Ober- und Unterstempel individuell einstellbar, wobei der Druckaufbau durch das Vorbeirollen der Stempelschaftköpfe an verstellbaren Druckrollen geschieht.

[0055] Das erste pulverförmige Vorgemisch wird in Schritt iii) bevorzugter Verfahrensvarianten einem Füllschuh zugeführt. Sowohl in den Zuleitungen als auch im Füllschuh selbst zeichnet sich das Vorgemisch durch eine geringe Anhaftung an Boden- oder Seitenwände aus.

[0056] Die Dosierung des pulverförmigen Vorgemisches in Schritt iv) erfolgt vorzugsweise volumetrisch.

[0057] Das Verfahren dient vorzugsweise der Herstellung von Wasch- oder Reinigungsmitteltabletten oder Wasch- oder Reinigungsmitteltablettenphasen, welche zur Dosierung über übliche Vorrichtungen in Haushaltswaschmaschinen oder Geschirrspülmaschinen, beispielsweise Einspülfächer oder Dosierkammern geeignet sind. Vor diesem Hintergrund sind Verfahrensvarianten bevorzugt, bei denen die Matrize in Schritt iv) eine Öffnungsfläche von 7 bis 15 cm², vorzugsweise von 8 bis 12 cm² aufweist.

[0058] Wie zuvor ausgeführt, weisen die Matrizen bevorzugt eingesetzter Tablettenpressen bewegliche, vorzugsweise vertikal bewegliche Unterstempel auf. Diese beweglichen Unterstempel erlauben einerseits den Druckaufbau während der Verpressung des Vorgemisches, vereinfachen darüber hinaus aber auch die Herstellung mehrphasiger Tabletten. Beispielsweise lassen sich in einer Matrize hintereinander und ohne Ausstoß der Zwischenprodukte mehrere, vorzugsweise verschiedene pulverförmige Vorgemische zu einer mehrphasigen Wasch- oder Reinigungsmitteltablette verpressen. Bei Durchführung einer derartigen Verfahrensvariante ermöglicht ein beweglicher Unterstempel die Anpassung des Matrizenvolumens während der aufeinander folgenden Dosier- und Tablettivorgänge.

[0059] Eine bevorzugte Verfahrensvariante zur Herstellung einer zwei oder mehrschichtigen Wasch- oder Reinigungsmitteltablette, umfasst die Schritte:

i) Bereitstellen eines ersten pulverförmigen Vorgemischs, enthaltend, bezogen auf sein Gesamtgewicht

- a) 15 bis 55 Gew.-% Natriumcarbonat;
- b) 8 bis 32 Gew.-% Natriumpercarbonat;
- c) 8 bis 30 Gew.-% Methylglycindiessigsäure (MGDA) und ihre Salze;
- d) 0,2 bis 8 Gew.-% nichtionisches Tensid;
- e) 2 bis 18 Gew.-% wasch- oder reinigungsaktives Polymer;
- f) 0 bis 2 Gew.-% Citrat;

durch Vermischen seiner Bestandteile;

ii) optional Lagerung des pulverförmigen Vorgemischs;

iii) Zuführen des pulverförmigen Vorgemischs zu einer Dosiervorrichtung einer Tablettenpresse;

iv) Dosieren des pulverförmigen Vorgemischs in die Matrize des Matrizentisches der Tablettenpresse auf eine in der Matrize befindliche Wasch- oder Reinigungsmitteltablette, welche durch Verpressung mindestens eines weiteren pulverförmigen Vorgemischs erhalten wurde;

v) Verpressen des pulverförmigen Vorgemischs in der der Matrize mit einer Presskraft von 15 bis 50 kN unter Ausbildung einer zweischichtigen Wasch- oder Reinigungsmitteltablette;

vi) Ausstoßen der Wasch- oder Reinigungsmitteltablette oder der Wasch- oder Reinigungsmitteltablettenphase aus der Matrize;

vii) Verpacken der Wasch- oder Reinigungsmitteltablette oder der Wasch- oder Reinigungsmitteltablettenphase.

[0060] Eine alternativen Verfahrensvariante umfasst die Schritte:

i) Bereitstellen eines ersten pulverförmigen Vorgemischs, enthaltend, bezogen auf sein Gesamtgewicht

- a) 15 bis 55 Gew.-% Natriumcarbonat;
- b) 8 bis 32 Gew.-% Natriumpercarbonat;
- c) 8 bis 30 Gew.-% Methylglycindiessigsäure (MGDA) und ihre Salze;
- d) 0,2 bis 8 Gew.-% nichtionisches Tensid;
- e) 2 bis 18 Gew.-% wasch- oder reinigungsaktives Polymer;
- f) 0 bis 2 Gew.-% Citrat;

durch Vermischen seiner Bestandteile;

ii) optional Lagerung des pulverförmigen Vorgemischs;

iii) Zuführen des pulverförmigen Vorgemischs zu einer Dosiervorrichtung einer Tablettenpresse;

iv) Dosieren des pulverförmigen Vorgemischs in die Matrize des Matrizeschisches der Tablettenpresse;

v) Verpressen des pulverförmigen Vorgemischs in der Matrize mit einer Presskraft von 15 bis 50 kN und dosieren eines zweiten pulverförmigen Vorgemischs auf das verpresste erste pulverförmige Vorgemisch in der Matrize und nachfolgendes Verpressen unter Ausbildung einer zweischichtigen Tablette wird;

vi) Ausstoßen der Wasch- oder Reinigungsmitteltablette oder der Wasch- oder Reinigungsmitteltablettenphase aus der Matrize;

vii) optional Verpacken der Wasch- oder Reinigungsmitteltablette oder der Wasch- oder Reinigungsmitteltablettenphase.

[0061] Die Tablettierung des ersten pulverförmigen Vorgemisches in Schritt v) erfolgt vorzugsweise mit einer Presskraft von 16 bis 36 kN, besonders bevorzugt von 17 bis 28 kN. Diese Presskräfte stellen eine hinreichende Tablettenhärte bei gleichzeitig guten Zerfallseigenschaften der Tabletten oder Tablettenphasen sicher.

[0062] Wie zuvor beschrieben kommt es bei der Durchführung des Tablettierverfahrens zu einer verminderten Anhaftung von pulverförmigem Vorgemisch an den Oberflächen eingesetzter Bauteile. Dieser technische Vorteil beschränkt sich nicht auf die Boden- oder Seitenwände von Zuleitungen, Dosiervorrichtungen oder Matrizen, sondern schließt auch die Oberflächen der Unter- und Oberstempel mit ein, welche bei der Verpressung des Vorgemisches mit diesem in unmittelbaren Kontakt stehen.

[0063] Zur weiteren Verminderung dieser Anhaftungen kann es vorteilhaft sein, wenn die Matrize in Schritt iv) einen drehbaren Unterstempel aufweist. Alternativ oder in Kombination mit einem drehbaren Unterstempel kann wenigstens einer der Stempel, zwischen denen das erste pulverförmige Vorgemisch in Schritt v) verpresst wird, eine adhäsionsvermindernde Beschichtung aufweisen.

[0064] In einer weiteren bevorzugten Verfahrensalternative weist wenigstens einer der Stempel, zwischen denen das erste pulverförmige Vorgemisch in Schritt v) verpresst wird, eine Einlage, vorzugsweise eine auswechselbare Einlage (Inlay) auf. Diese vorzugsweise auswechselbare Einlage dient beispielsweise der Modifikation der Oberflächeneigenschaften von Unter- oder Oberstempel. Insbesondere ist es bevorzugt, auswechselbare Einlagen an den verschleißanfälligen Oberflächen der Unter- und Oberstempel vorzusehen. Zu den mechanisch besonders beanspruchten, verschleißanfälligen Oberflächen der Unter- und Oberstempel zählen insbesondere jene Oberflächen, die bei der Verpressung in Schritt v) in direktem Kontakt mit dem pulverförmigen Vorgemisch stehen. In bevorzugten Verfahrensvarianten weist wenigstens einer der Stempel, welcher bei der Verpressung in Schritt v) in direktem Kontakt mit dem pulverförmigen Vorgemisch steht, einen auswechselbaren Einsatz, vorzugsweise einen auswechselbaren walkbaren Einsatz, auf.

[0065] Neben Modifikationen der Oberflächeneigenschaften können die zur Verpressung des pulverförmigen Vorgemisches eingesetzten Stempel, insbesondere der eingesetzte Oberstempel, unterschiedliche, von der üblichen planen Oberfläche, abweichende Formen aufweisen. In einer bevorzugten Verfahrensvariante weist der Oberstempel eine Vorwölbung auf. Eine solche Vorwölbung ermöglicht beispielsweise die Herstellung von Tabletten mit Oberflächenmustern oder Mulden.

[0066] Nach dem Verpressen in Schritt v) wird die Wasch- oder Reinigungsmitteltablette oder die Wasch- oder Reinigungsmitteltablettenphase in Schritt vi) aus der Matrize ausgestoßen und kann im Anschluss verpackt werden.

[0067] Zur Verpackung eignen sich primäre und sekundäre Verpackungsmittel, wobei unter primären Verpackungsmittel solche Mittel verstanden werden, welche zur Verpackung einzelner Wasch- oder Reinigungsmitteltabletten oder Wasch- oder Reinigungsmitteltablettenphasen eingesetzt werden, während sekundäre Verpackungsmittel der Verpackung von mehreren Wasch- oder Reinigungsmitteltabletten oder Wasch- oder Reinigungsmitteltablettenphasen in einem Gebinde dienen. Primäre Verpackungsmittel sind beispielsweise Folien, zu den sekundären Verpackungsmitteln zählen Kartonagen, Kunststoffbehälter oder Standbodenbeutel.

[0068] Die in Schritt vi) aus der Matrize ausgestoßenen Wasch- oder Reinigungsmitteltabletten oder die Wasch- oder Reinigungsmitteltablettenphasen bedürfen keiner Zwischenlagerung und eignen sich zur sofortigen Verpackung. Vorzugsweise erfolgt die Verpackung der Wasch- oder Reinigungsmitteltablette oder der Wasch- oder Reinigungsmitteltablettenphase in Schritt vii) innerhalb von 60 Minuten, bevorzugt innerhalb von 20 Minuten und insbesondere innerhalb von 5 Minuten nach dem Ausstoßen der Wasch- oder Reinigungsmitteltablette oder der Wasch- oder Reinigungsmitteltablettenphase aus der Matrize in Schritt vi).

[0069] Auch wenn eine Lagerung der Wasch- oder Reinigungsmitteltablette oder der Wasch- oder Reinigungsmitteltablettenphase vor der Verpackung aufgrund der vorteilhaften Eigenschaften der Wasch- oder Reinigungsmitteltablette oder der Wasch- oder Reinigungsmitteltablettenphase nicht notwendig ist, so ist eine Lagerung dennoch möglich, ohne dass diese vorteilhaften Eigenschaften verloren gehen. In Abhängigkeit von der Prozessführung oder im Falle anhaltender Verfahrensunterbrechungen, beispielsweise bei Wartung oder Reparatur, kann eine solche längere Lagerung

angezeigt sein. In einer bevorzugten Verfahrensalternative erfolgt die Verpackung der Wasch- oder Reinigungsmitteltablette oder der Wasch- oder Reinigungsmitteltablettentphase in Schritt vii) innerhalb eines Zeitraums von 48 Stunden, vorzugsweise innerhalb eines Zeitraums von 36, besonders bevorzugt innerhalb eines Zeitraums von einer Stunde bis 24 Stunden.

[0070] In bevorzugten Verfahrensvariante wird die Wasch- oder Reinigungsmitteltablette oder die Wasch- oder Reinigungsmitteltablettentphase in Schritt vii) mittels einer Folie, beispielsweise einer nicht wasserlöslichen oder einer wasserlöslichen Folie eingeschlossen. Zur Verbesserung der Ästhetik und der mechanischen Stabilität des Produktes wird eine von einer wasserlöslichen Folie eingeschlossene Wasch- oder Reinigungsmitteltablette oder Wasch- oder Reinigungsmitteltablettentphase vorzugsweise mittels einer Transportvorrichtung durch einen Schrumpftunnel transportiert und die wasserlösliche Folie wird in dem Schrumpftunnel geschrumpft.

[0071] Vorzugsweise wird die Wasch- oder Reinigungsmitteltablette oder die Wasch- oder Reinigungsmitteltablettentphase im Anschluss an Schritt vi) gemeinsam mit weiteren Wasch- oder Reinigungsmitteltabletten oder Wasch- oder Reinigungsmitteltablettentphasen in loser Schüttung in einer Umverpackung konfektioniert. Alternativ zur losen Schüttung ist auch eine geordnete Konfektionierung in der Umverpackung möglich. Die geordnete Konfektionierung kann geeignet sein, die Menge des für die Umverpackung eingesetzten Verpackungsmaterials zu reduzieren. Als Umverpackungen eignen sich beispielsweise die zuvor beschriebenen Kartonagen, Kunststoffbehälter oder Standbodenbeutel. Die in der Umverpackung konfektionierte Wasch- oder Reinigungsmitteltablette oder Wasch- oder Reinigungsmitteltablettentphase kann eine Primärverpackung, beispielsweise eine zuvor beschriebene Folienverpackung aufweisen. Zur Verminderung des Verpackungsaufwandes kann es alternativ bevorzugt sein, dass die Wasch- oder Reinigungsmitteltablette oder Wasch- oder Reinigungsmitteltablettentphase im Anschluss an Schritt vi) ohne weitere Verpackung gemeinsam mit weiteren Wasch- oder Reinigungsmitteltabletten oder Wasch- oder Reinigungsmitteltablettentphasen in loser Schüttung in einer Umverpackung konfektioniert wird. Alternativ zur losen Schüttung ist auch eine geordnete Konfektionierung in der Umverpackung möglich. Auch in diesem Fall ist alternativ eine geordnete Konfektionierung in der Umverpackung möglich.

[0072] Durch diese Anmeldung werden u.a. die folgenden Gegenstände bereitgestellt:

1. Verfahren zur Herstellung einer Wasch- oder Reinigungsmitteltablette oder einer Wasch- oder Reinigungsmitteltablettentphase, umfassend die Schritte:

i) Bereitstellen eines ersten pulverförmigen Vorgemischs, enthaltend, bezogen auf sein Gesamtgewicht

- a) 15 bis 55 Gew.-% Natriumcarbonat;
- b) 8 bis 32 Gew.-% Natriumpercarbonat;
- c) 8 bis 30 Gew.-% Methylglycindiessigsäure (MGDA) und ihre Salze;
- d) 0,2 bis 8 Gew.-% nichtionisches Tensid;
- e) 2 bis 18 Gew.-% wasch- oder reinigungsaktives Polymer;
- f) 0 bis 2 Gew.-% Citrat;

durch Vermischen seiner Bestandteile;

- ii) optional Lagerung des pulverförmigen Vorgemischs;
- iii) Zuführen des pulverförmigen Vorgemischs zu einer Dosiervorrichtung einer Tablettenpresse;
- iv) Dosieren des pulverförmigen Vorgemischs in die Matrize des Matrizentisches der Tablettenpresse;
- v) Verpressen des pulverförmigen Vorgemischs in der Matrize mit einer Presskraft von 15 bis 50 kN.
- vi) Ausstoßen der Wasch- oder Reinigungsmitteltablette oder der Wasch- oder Reinigungsmitteltablettentphase aus der Matrize;
- vii) optional Verpacken der Wasch- oder Reinigungsmitteltablette oder der Wasch- oder Reinigungsmitteltablettentphase.

2. Verfahren nach Punkt 1, wobei das erste pulverförmige Vorgemisch, bezogen auf sein Gesamtgewicht, 25 bis 55 Gew.-%, vorzugsweise 30 bis 50 Gew.-% Natriumcarbonat enthält.

3. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei der Gewichtsanteil der Partikel des Natriumcarbonats mit einem Partikeldurchmesser von 125 bis 2000 μm in dem ersten pulverförmigen Vorgemisch mehr als 70 Gew.-%, vorzugsweise mehr als 80 Gew.-% und insbesondere mehr als 85 Gew.-% beträgt.

4. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei der Gewichtsanteil der Partikel des Natriumcarbonats mit einem Partikeldurchmesser von 200 bis 1600 μm in dem ersten pulverförmigen Vorgemisch mehr als 85 Gew.-% beträgt.

5. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei das erste pulverförmige Vorgemisch, bezogen auf sein Gesamtgewicht, 10 bis 30 Gew.-%, vorzugsweise 12 bis 28 Gew.-% Natriumpercarbonat enthält.
- 5 6. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei der Gewichtsanteil der Partikel des Natriumpercarbonats mit einem Partikeldurchmesser von 125 bis 2000 μm in dem pulverförmigen Vorgemisch mehr als 70 Gew.-%, vorzugsweise mehr als 80 Gew.-% und insbesondere mehr als 85 Gew.-% beträgt.
7. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei der Gewichtsanteil der Partikel des Natriumpercarbonats mit
10 einem Partikeldurchmesser von 200 bis 1600 μm in dem pulverförmigen Vorgemisch mehr als 85 Gew.-% beträgt.
8. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei das erste pulverförmige Vorgemisch, bezogen auf sein Gesamtgewicht, 10 bis 32 Gew.-%, vorzugsweise 12 bis 30 Gew.-% Methylglycindiessigsäure (MGDA) und ihre Salze enthält.
- 15 9. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei das erste pulverförmige Vorgemisch, bezogen auf sein Gesamtgewicht, 0,4 bis 7 Gew.-%, vorzugsweise 0,8 bis 6 Gew.-% nichtionisches Tensid enthält.
10. Verfahren nach einem der vorherigen Punkt, wobei das nichtionische Tensid ausgewählt ist aus der Gruppe der Verbindungen mit der allgemeinen Formel $\text{C}_{4-22}\text{-CH(OH)CH}_2\text{O-(EO)}_{20-120}\text{-C}_{2-26}$, insbesondere aus der Gruppe der Verbindungen mit der allgemeinen Formel $\text{C}_{8-12}\text{ Fettalkohol-(EO)}_{22-2}\text{-hydroxydecylether}$ oder $\text{C}_{4-22}\text{ Fettalkohol-(EO)}_{40-80}\text{-2-hydroxyalkylether}$.
20
11. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei das erste pulverförmige Vorgemisch ein Gewichtsverhältnis von Natriumcarbonat und Natriumpercarbonat und Methylglycindiessigsäure (MGDA) und ihre Salze zu nichtionischem Tensid oberhalb 6:1, vorzugsweise oberhalb 12:1 und insbesondere oberhalb 18:1 aufweist.
25
12. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei das erste pulverförmige Vorgemisch, bezogen auf sein Gesamtgewicht, weniger als 1 Gew.-%, vorzugsweise weniger als 0,5 Gew.-%, besonders bevorzugt weniger als 0,1 Gew.-% und insbesondere kein anionisches Tensid enthält.
30
13. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei das erste pulverförmige Vorgemisch, bezogen auf sein Gesamtgewicht, 5 bis 16 Gew.-%, vorzugsweise 8 bis 15 Gew.-% wasch- oder reinigungsaktives Polymer enthält.
14. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei das wasch- oder reinigungsaktive Polymer ausgewählt ist aus der Gruppe der Polycarboxylate, vorzugsweise aus der Gruppe der homopolymeren Polycarboxylate.
35
15. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei das wasch- oder reinigungsaktive Polymer ausgewählt ist aus der Gruppe der Polycarboxylate, vorzugsweise aus der Gruppe der copolymeren Polycarboxylate, besonders bevorzugt aus der Gruppe der Sulfonsäuregruppen-haltigen copolymeren Polycarboxylate und insbesondere aus der Gruppe der hydrophob modifizierten Sulfonsäuregruppen-haltigen copolymeren Polycarboxylate.
40
16. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei das erste pulverförmige Vorgemisch, bezogen auf sein Gesamtgewicht, weniger als 1 Gew.-%, vorzugsweise weniger als 0,5 Gew.-%, besonders bevorzugt weniger als 0,1 Gew.-% und insbesondere kein Citrat enthält.
45
17. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei das erste pulverförmige Vorgemisch kein Phosphat enthält.
18. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei das erste pulverförmige Vorgemisch kein Phosphonat enthält.
50
19. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei das erste pulverförmige Vorgemisch, bezogen auf sein Gesamtgewicht, weniger als 2 Gew.-%, vorzugsweise weniger als 1 Gew.-%, besonders bevorzugt weniger als 0,1 Gew.-% und insbesondere kein Tablettierhilfsmittel aus der Gruppe der Polyethylenglycole enthält.
- 55 20. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei das erste pulverförmige Vorgemisch, bezogen auf sein Gesamtgewicht, weniger als 2 Gew.-%, vorzugsweise weniger als 1 Gew.-%, besonders bevorzugt weniger als 0,1 Gew.-% und insbesondere kein Desintegrationshilfsmittel aus der Gruppe der Sprengmittel, insbesondere der Cellulose-basierten Sprengmittel, sowie der Sprudelsysteme enthält.

21. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei das erste pulverförmige Vorgemisch, bezogen auf sein Gesamtgewicht, 0,2 bis 4 Gew.-%, vorzugsweise 0,4 bis 3 Gew.-% und insbesondere 0,8 bis 2,5 Gew.-% Enzymzubereitung enthält.
- 5 22. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei das erste pulverförmige Vorgemisch in Schritt ii) für einen Zeitraum von weniger als vier Stunden, vorzugsweise weniger als zwei Stunden, besonders bevorzugt weniger als 30 Minuten und insbesondere weniger als 10 Minuten gelagert wird.
- 10 23. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei das erste pulverförmige Vorgemisch in Schritt i) durch Vermischen seiner Bestandteile bereitgestellt und ohne Lagerung direkt der Dosiervorrichtung zugeführt wird.
24. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei das erste pulverförmige Vorgemisch in Schritt ii) bei einer Temperatur von 10 bis 35°C gelagert wird.
- 15 25. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei als Tablettenpresse eine Rundlauftablettenpresse eingesetzt wird.
26. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei das erste pulverförmige Vorgemisch in Schritt iii) einem Füllschuh zugeführt wird.
- 20 27. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei das erste pulverförmige Vorgemisch in Schritt iv) mittels volumetrischer Dosierung dosiert wird.
28. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei die Matrize in Schritt iv) eine Öffnungsfläche von 7 bis 15 cm², vorzugsweise von 8 bis 12 cm² aufweist.
- 25 28. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei die Matrize in Schritt iv) einen beweglichen, vorzugsweise vertikal beweglichen Unterstempel aufweist.
- 30 30. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei die Matrize in Schritt iv) einen drehbaren Unterstempel aufweist.
31. Verfahren zur Herstellung einer zwei oder mehrschichtigen Wasch- oder Reinigungsmitteltablette, umfassend die Schritte:
- 35 i) Bereitstellen eines ersten pulverförmigen Vorgemischs, enthaltend, bezogen auf sein Gesamtgewicht
- a) 15 bis 55 Gew.-% Natriumcarbonat;
- b) 8 bis 32 Gew.-% Natriumpercarbonat;
- 40 c) 8 bis 30 Gew.-% Methylglycindiessigsäure (MGDA) und ihre Salze;
- d) 0,2 bis 8 Gew.-% nichtionisches Tensid;
- e) 2 bis 18 Gew.-% wasch- oder reinigungsaktives Polymer;
- f) 0 bis 2 Gew.-% Citrat;
- 45 durch Vermischen seiner Bestandteile;
- ii) optional Lagerung des pulverförmigen Vorgemischs;
- iii) Zuführen des pulverförmigen Vorgemischs zu einer Dosiervorrichtung einer Tablettenpresse;
- iv) Dosieren des pulverförmigen Vorgemischs in die Matrize des Matrizenstempels der Tablettenpresse auf eine in der Matrize befindliche Wasch- oder Reinigungsmitteltablette, welche durch Verpressung mindestens eines weiteren pulverförmigen Vorgemischs erhalten wurde.
- 50 v) Verpressen des pulverförmigen Vorgemischs in der Matrize mit einer Presskraft von 15 bis 50 kN unter Ausbildung einer zweischichtigen Wasch- oder Reinigungsmitteltablette;
- vi) Ausstoßen der Wasch- oder Reinigungsmitteltablette oder der Wasch- oder Reinigungsmitteltablettenphase aus der Matrize;
- 55 vii) optional Verpacken der Wasch- oder Reinigungsmitteltablette oder der Wasch- oder Reinigungsmitteltablettenphase.
32. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei das erste pulverförmige Vorgemisch in Schritt v) mit einer

Presskraft von 16 bis 36 kN, vorzugsweise von 17 bis 28 kN verpresst wird.

33. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei das erste pulverförmige Vorgemisch in Schritt v) zwischen Unterstempel und Oberstempel verpresst wird und wenigstens einer der Stempel einen auswechselbaren Einsatz, vorzugsweise einen walkbaren Einsatz, aufweist, welcher bei der Verpressung in Schritt v) in direktem Kontakt mit dem pulverförmigen Vorgemisch steht.

34. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei das erste pulverförmige Vorgemisch in Schritt v) zwischen Unterstempel und Oberstempel verpresst wird und wenigstens einer der Stempel eine adhäsionsvermindernde Beschichtung aufweist.

35. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei das erste pulverförmige Vorgemisch in Schritt v) zwischen Unterstempel und Oberstempel verpresst wird und wenigstens einer der Stempel eine Einlage, vorzugsweise eine auswechselbare Einlage aufweist.

36. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei das erste pulverförmige Vorgemisch in Schritt v) zwischen Unterstempel und Oberstempel verpresst wird und der Oberstempel eine Vorwölbung aufweist.

37. Verfahren zur Herstellung einer zweischichtigen Wasch- oder Reinigungsmitteltablette, umfassend die Schritte:

i) Bereitstellen eines ersten pulverförmigen Vorgemischs, enthaltend, bezogen auf sein Gesamtgewicht

- a) 15 bis 55 Gew.-% Natriumcarbonat;
- b) 8 bis 32 Gew.-% Natriumpercarbonat;
- c) 8 bis 30 Gew.-% Methylglycindiessigsäure (MGDA) und ihre Salze;
- d) 0,2 bis 8 Gew.-% nichtionisches Tensid;
- e) 2 bis 18 Gew.-% wasch- oder reinigungsaktives Polymer;
- f) 0 bis 2 Gew.-% Citrat;

durch Vermischen seiner Bestandteile;

ii) optional Lagerung des pulverförmigen Vorgemischs;

iii) Zuführen des pulverförmigen Vorgemischs zu einer Dosiervorrichtung einer Tablettenpresse;

iv) Dosieren des pulverförmigen Vorgemischs in die Matrize des Matrizentisches der Tablettenpresse;

v) Verpressen des pulverförmigen Vorgemischs in der der Matrize mit einer Presskraft von 15 bis 50 kN und dosieren eines zweiten pulverförmigen Vorgemischs auf das verpresste erste pulverförmige Vorgemisch in der Matrize und nachfolgendes Verpressen unter Ausbildung einer zweischichtigen Tablette wird;

vi) Ausstoßen der Wasch- oder Reinigungsmitteltablette oder der Wasch- oder Reinigungsmitteltablettenphase aus der Matrize;

vii) optional Verpacken der Wasch- oder Reinigungsmitteltablette oder der Wasch- oder Reinigungsmitteltablettenphase.

38. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei die Wasch- oder Reinigungsmitteltablette oder die Wasch- oder Reinigungsmitteltablettenphase in Schritt vii) mittels einer wasserlöslichen Folie eingeschlossen wird.

39. Verfahren nach Punkt 38, wobei die von einer wasserlöslichen Folie eingeschlossene Wasch- oder Reinigungsmitteltablette oder die Wasch- oder Reinigungsmitteltablettenphase mittels einer Transportvorrichtung durch einen Schrumpftunnel transportiert und die wasserlösliche Folie in dem Schrumpftunnel geschrumpft wird.

40. Verfahren nach einem der Punkte 1 bis 37, wobei die Wasch- oder Reinigungsmitteltablette oder die Wasch- oder Reinigungsmitteltablettenphase in Schritt vii) mittels einer nicht wasserlöslichen Folie eingeschlossen wird.

41. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei die Verpackung der Wasch- oder Reinigungsmitteltablette oder die Wasch- oder Reinigungsmitteltablettenphase in Schritt vii) innerhalb von 60 Minuten, vorzugsweise innerhalb von 20 Minuten und insbesondere innerhalb von 5 Minuten nach dem Ausstoßen der Wasch- oder Reinigungsmitteltablette oder der Wasch- oder Reinigungsmitteltablettenphase aus der Matrize in Schritt vi) erfolgt.

42. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei die Wasch- oder Reinigungsmitteltablette oder die Wasch- oder Reinigungsmitteltablettenphase im Anschluss an Schritt vi) gemeinsam mit weiteren Wasch- oder Reinigungs-

mitteltabletten oder Wasch- oder Reinigungsmitteltablettenphasen in loser Schüttung in einer Umverpackung konfektioniert wird.

43. Verfahren nach einem der vorherigen Punkte, wobei die Wasch- oder Reinigungsmitteltablette oder die Wasch- oder Reinigungsmitteltablettenphase im Anschluss an Schritt vi) ohne weitere Verpackung gemeinsam mit weiteren Wasch- oder Reinigungsmitteltabletten oder Wasch- oder Reinigungsmitteltablettenphasen in loser Schüttung in einer Umverpackung konfektioniert wird.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung einer Wasch- oder Reinigungsmitteltablette oder einer Wasch- oder Reinigungsmitteltablettenphase, umfassend die Schritte:

i) Bereitstellen eines ersten pulverförmigen Vorgemischs, enthaltend, bezogen auf sein Gesamtgewicht

- a) 15 bis 55 Gew.-% Natriumcarbonat;
- b) 8 bis 32 Gew.-% Natriumpercarbonat;
- c) 8 bis 30 Gew.-% Methylglycindiessigsäure (MGDA) und ihre Salze;
- d) 0,2 bis 8 Gew.-% nichtionisches Tensid;
- e) 2 bis 18 Gew.-% wasch- oder reinigungsaktives Polymer;
- f) 0 bis 2 Gew.-% Citrat;

durch Vermischen seiner Bestandteile;

ii) optional Lagerung des pulverförmigen Vorgemischs;

iii) Zuführen des pulverförmigen Vorgemischs zu einer Dosiervorrichtung einer Tablettenpresse;

iv) Dosieren des pulverförmigen Vorgemischs in die Matrize des Matrizentisches der Tablettenpresse;

v) Verpressen des pulverförmigen Vorgemischs in der der Matrize mit einer Presskraft von 15 bis 50 kN;

vi) Ausstoßen der Wasch- oder Reinigungsmitteltablette oder der Wasch- oder Reinigungsmitteltablettenphase aus der Matrize;

vii) Optional Verpacken der Wasch- oder Reinigungsmitteltablette oder der Wasch- oder Reinigungsmitteltablettenphase.

2. Verfahren nach Anspruch 1, wobei das erste pulverförmige Vorgemisch, bezogen auf sein Gesamtgewicht, 25 bis 55 Gew.-%, vorzugsweise 30 bis 50 Gew.-% Natriumcarbonat enthält.

3. Verfahren nach einem der vorherigen Ansprüche, wobei das erste pulverförmige Vorgemisch, bezogen auf sein Gesamtgewicht, 10 bis 30 Gew.-%, vorzugsweise 12 bis 28 Gew.-% Natriumpercarbonat enthält.

4. Verfahren nach einem der vorherigen Ansprüche, wobei das erste pulverförmige Vorgemisch, bezogen auf sein Gesamtgewicht, 10 bis 32 Gew.-%, vorzugsweise 12 bis 30 Gew.-% Methylglycindiessigsäure (MGDA) und ihre Salze enthält.

5. Verfahren nach einem der vorherigen Ansprüche, wobei das erste pulverförmige Vorgemisch, bezogen auf sein Gesamtgewicht, 0,4 bis 7 Gew.-%, vorzugsweise 0,8 bis 6 Gew.-% nichtionisches Tensid enthält.

6. Verfahren nach einem der vorherigen Ansprüche, wobei das erste pulverförmige Vorgemisch ein Gewichtsverhältnis von Natriumcarbonat und Natriumpercarbonat und Methylglycindiessigsäure (MGDA) und ihre Salze zu nichtionischem Tensid oberhalb 6:1, vorzugsweise oberhalb 12:1 und insbesondere oberhalb 18:1 aufweist.

7. Verfahren nach einem der vorherigen Ansprüche, wobei das erste pulverförmige Vorgemisch, bezogen auf sein Gesamtgewicht, 5 bis 16 Gew.-%, vorzugsweise 8 bis 15 Gew.-% wasch- oder reinigungsaktives Polymer enthält.

8. Verfahren nach einem der vorherigen Ansprüche, wobei das erste pulverförmige Vorgemisch in Schritt ii) für einen Zeitraum von weniger als vier Stunden, vorzugsweise weniger als zwei Stunden, besonders bevorzugt weniger als 30 Minuten und insbesondere weniger als 10 Minuten gelagert wird.

EP 4 574 946 A1

9. Verfahren nach einem der vorherigen Ansprüche, wobei die Matrize in Schritt iv) eine Öffnungsfläche von 7 bis 15 cm², vorzugsweise von 8 bis 12 cm² aufweist.
- 5 10. Verfahren nach einem der vorherigen Ansprüche, wobei das erste pulverförmige Vorgemisch in Schritt v) mit einer Presskraft von 16 bis 36 kN, vorzugsweise von 17 bis 28 kN verpresst wird.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55



EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung

EP 24 21 2723

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (IPC)
X	EP 3 138 895 A1 (BASF SE [DE]) 8. März 2017 (2017-03-08)	1-10	INV. C11D1/72
Y	* das ganze Dokument *	1-10	C11D3/10
	* Ansprüche 1-12 *		C11D3/16
	* Absatz [0003] *		C11D3/20
	* Absatz [0005] *		C11D3/33
	* Absatz [0007] - Absatz [0008] *		C11D3/37
	* Absatz [0011] - Absatz [0013] *		C11D3/39
	* Absatz [0016] - Absatz [0021] *		C11D17/00
	* Absatz [0037] - Absatz [0040] *		
	* Absatz [0052] - Absatz [0053] *		
	* Absatz [0055] *		
	* Absatz [0062] - Absatz [0068] *		
	* Absatz [0073] - Absatz [0082] *		
	* Absatz [0105] - Absatz [0116] *		
	* Absatz [0117] - Absatz [0134] *		

Y	DE 10 2017 212561 A1 (HENKEL AG & CO KGAA [DE]) 24. Januar 2019 (2019-01-24)	1-10	
	* Ansprüche 1-10 *		
	* Absatz [0007] - Absatz [0009] *		
	* Absatz [0021] - Absatz [0041] *		
	* Absatz [0053] *		
	* Absatz [0061] - Absatz [0063] *		
	* Absatz [0065] - Absatz [0079] *		
	* Absatz [0096] - Absatz [0098] *		
	* Absatz [0109] *		
	* Absatz [0111] - Absatz [0112] *		
	* Absatz [0121] - Absatz [0123] *		

	- / - -		
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort		Abschlußdatum der Recherche	
Den Haag		9. April 2025	
		Prüfer	
		Marttin, Emmeline	
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 Patendokument, 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			

EPO FORM 1503 03.82 (P04C03)



EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung

EP 24 21 2723

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (IPC)
Y	DE 10 2006 056248 A1 (HENKEL KGAA [DE]) 29. Mai 2008 (2008-05-29) * Absatz [0062] - Absatz [0065] * * Absatz [0069] * * Absatz [0090] - Absatz [0091] * * Absatz [0107] * * Absatz [0145] * * Absatz [0148] * * Absatz [0191] *	1-10	
Y	DE 10 2007 059970 A1 (HENKEL AG & CO KGAA [DE]) 10. September 2009 (2009-09-10) * Absatz [0013] - Absatz [0014] * * Absatz [0067] * * Absatz [0074] * * Absatz [0091] * * Absatz [0095] * * Absatz [0121] * * Absatz [0128] * * Absatz [0189] * * Absätze [0187] - [0190] * * Absatz [0197] - Absatz [0200] * * Absatz [0201] - Absatz [0202] * * Ansprüche *	1-10	RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (IPC)
Y	WO 97/36989 A1 (PROCTER & GAMBLE [US]; WILLIAMS FIONA SUSAN [GB]) 9. Oktober 1997 (1997-10-09) * Seite 54, Zeile 8 - Seite 55, Zeile 3 * * Seite 58, Zeile 1 - Seite 61, Zeile 20 * * Beispiel 3 *	1-10	
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort Den Haag		Abschlußdatum der Recherche 9. April 2025	
		Prüfer Marttin, Emmeline	
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 Patentedokument, 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			

EPO FORM 1503 03.82 (P04C03)

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

EP 24 21 2723

5 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.

09-04-2025

10

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
EP 3138895 A1	08-03-2017	KEINE	
DE 102017212561 A1	24-01-2019	DE 102017212561 A1	24-01-2019
		EP 3431575 A1	23-01-2019
		ES 2777832 T3	06-08-2020
		PL 3431575 T3	15-06-2020
DE 102006056248 A1	29-05-2008	KEINE	
DE 102007059970 A1	10-09-2009	DE 102007059970 A1	10-09-2009
		EP 2220205 A1	25-08-2010
		ES 2400470 T3	10-04-2013
		KR 20100106964 A	04-10-2010
		PL 2220205 T3	31-05-2013
		US 2010249009 A1	30-09-2010
		WO 2009074403 A1	18-06-2009
WO 9736989 A1	09-10-1997	CA 2250246 A1	09-10-1997
		EP 0900265 A1	10-03-1999
		GB 2311542 A	01-10-1997
		WO 9736989 A1	09-10-1997

15

20

25

30

35

40

45

50

55

EPO FORM P0461

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

IN DER BESCHREIBUNG AUFGEFÜHRTE DOKUMENTE

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

In der Beschreibung aufgeführte Patentdokumente

- EP 711828 A2 [0005]