



SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT
BUNDESAMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

⑤① Int. Cl.³:

C 11 D 3/37
C 11 D 11/00
C 11 D 17/00



Erfindungspatent für die Schweiz und Liechtenstein

Schweizerisch-liechtensteinischer Patentschutzvertrag vom 22. Dezember 1978

⑫ **PATENTSCHRIFT** A5

⑪

636 123

⑳① Gesuchsnummer: 6225/78

⑦③ Inhaber:
CIBA-GEIGY AG, Basel

⑳② Anmeldungsdatum: 07.06.1978

⑳④ Patent erteilt: 13.05.1983

④⑤ Patentschrift
veröffentlicht: 13.05.1983

⑦② Erfinder:
Heinz Abel, Reinach BL

⑤④ Verfahren zur Herstellung schaumregulierter Waschmittel.

⑤⑦ Verfahren zur Herstellung schaumregulierter pulverförmiger Waschmittel, indem man

(a) 90 bis 99,9 Gewichtsteile

(a₁) eines pulverförmigen formulierten Waschmittels oder

(a₂) eines pulverförmigen wasserlöslichen nicht-tensidischen Bestandteils des Waschmittels mit

(b) 0,1 bis 10 Gewichtsteilen Silikonöl oder Silikonöl-Siliziumdioxidgemischen, die in einem Lösungsmittel homogen verteilt oder gelöst sind,

homogen vermischt, anschliessend das Lösungsmittel entfernt und - sofern die Komponente (a₂) verwendet wird - mit weiteren, zur Herstellung eines Waschmittels notwendigen Bestandteile vermischt.

PATENTANSPRÜCHE

1. Verfahren zur Herstellung schaumregulierter pulverförmiger Waschmittel, dadurch gekennzeichnet, dass man

(a) 90 bis 99,9 Gewichtsteile

(a₁) eines pulverförmigen formulierten Waschmittels oder

(a₂) eines pulverförmigen wasserlöslichen nicht-tensidischen Bestandteils des Waschmittels mit

(b) 0,1 bis 10 Gewichtsteilen Silikonöl oder Silikonöl-Siliziumdioxidgegemischen, die in einem Lösungsmittel homogen verteilt oder gelöst sind,

homogen vermischt, anschliessend das Lösungsmittel abdestilliert, wobei das Lösungsmittel einen Siedepunkt aufweist, der unterhalb des Schmelzpunktes der Komponenten (a₁) und (a₂) liegt, und – sofern die Komponente (a₂) verwendet wird – mit weiteren, zur Herstellung eines Waschmittels notwendigen Bestandteilen vermischt.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Komponente (a₂) ein Builder, ein Bleichmittel oder ein Neutralsalz ist.

3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man als Komponente (b) Polyalkyl-, Polyaryl- oder Polyarylsiloxane, cycloaliphatische Polysiloxane oder mit Oxyalkylengruppen modifizierte Siloxane mit Molekulargewichten von 1000 bis 100 000 gegebenenfalls im Gemisch mit kolloidaler, gegebenenfalls hydrophober Kieselsäure verwendet.

4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass man als Komponente (b) Polyalkylsiloxane, worin Alkyl 1 bis 6 Kohlenstoffatome enthält, mit einer Viskosität bei 25 °C von 0.001 bis 15, vorzugsweise von 0.05 bis 3 Pa·s verwendet.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 3 und 4, dadurch gekennzeichnet, dass die Komponente (b) zusätzlich aliphatische, cycloaliphatische oder aromatische Kohlenwasserstoffe enthält, die bei Raumtemperatur und unter Normaldruck flüssig sind und deren Anteil bis zu 95 Gewichtsprozent, bezogen auf die Siloxan- oder Siloxan-Siliziumdioxid-Kohlenwasserstoffgemische betragen kann.

6. Verfahren nach einem der Ansprüche 3 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass die Komponente (b) ein Gemisch aus aliphatischen, cycloaliphatischen oder aromatischen, bei Raumtemperatur und unter Normaldruck flüssigen Kohlenwasserstoffen, kolloidaler Kieselsäure und Polyalkylsiloxanen ist, wobei die Gewichtsverhältnisse (90 bis 95):(4,75 bis 9,5):(0,25 bis 0,5) betragen.

7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass man als Lösungsmittel für die Komponente (b) aliphatische Alkohole mit 1 bis 8 Kohlenstoffatomen, Halogenkohlenwasserstoffe mit 1 oder 2 Kohlenstoffatomen, Ketone mit 3 bis 10 Kohlenstoffatomen, Carbonsäureester mit 2 bis 6 Kohlenstoffatomen oder gegebenenfalls substituierte Benzole verwendet.

8. Verfahren zur Herstellung schaumregulierter pulverförmiger Waschmittel, dadurch gekennzeichnet, dass man

(a) 90 bis 99,9 Gewichtsteile

(a₁) eines pulverförmigen formulierten Waschmittels oder

(a₂) eines pulverförmigen wasserlöslichen nicht-tensidischen Bestandteils des Waschmittels mit

(b) 0,1 bis 10 Gewichtsteilen Silikonöl oder Silikonöl-Siliziumdioxidgegemischen, die in einem Lösungsmittel homogen verteilt oder gelöst sind,

homogen vermischt, das Gemisch anschliessend trocknet, wobei das Lösungsmittel einen Siedepunkt aufweist, der unterhalb des Schmelzpunktes der Komponenten (a₁) und (a₂) liegt, und – sofern die Komponente (a₂) verwendet wird – mit weiteren, zur Herstellung eines Waschmittels notwendigen Bestandteilen vermischt.

9. Die nach dem Verfahren gemäss Anspruch 1 hergestellten schaumregulierten pulverförmigen Waschmittel.

10. Die nach dem Verfahren gemäss Anspruch 8 hergestellten schaumregulierten pulverförmigen Waschmittel.

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung schaumregulierter Waschmittel unter Verwendung fein verteilter Antischaummittel auf Silikonölbasis.

Stark schäumende Waschmittel sind bekanntlich für eine Verwendung in Trommelwaschmaschinen nur wenig geeignet. Eine starke Schaumentwicklung führt insbesondere bei höheren Temperaturen, z.B. bei 80 bis 100 °C, zu einem Übersäumen der Reinigungsflotten unter erheblichen Verlusten an waschwirksamer Substanz. Es hat sich ausserdem gezeigt, dass grosse Schaummengen die mechanische Bearbeitung des zu reinigenden Gutes beeinträchtigen und deshalb stark schäumende Waschmittel in den Waschmaschinen nicht ihr volles Reinigungsvermögen entwickeln können.

Zur Herabsetzung der Schaumbildung in Waschmitteln, die stark schäumende, anionische Waschaktivsubstanzen, z.B. solche vom Sulfonat- oder Sulfattyp, enthalten, wurden bereits Polyglykoläther und -ester, z.B. Polyglykolphosphatester, sowie ferner langkettige Halogenkohlenwasserstoffe, vorgeschlagen (vgl. z.B. DE-AS 1467614, DE-OS 2532804, USP 3869412).

Antischaummittel auf Silikonölbasis sind ebenfalls bekannt, wobei eine Anwendung in Waschmitteln jedoch verschiedene Nachteile aufweist. So erfordert die Verwendung von Silikonölen, insbesondere in wässrigen Systemen, immer eine Formulierung der Silikonöle, z.B. mit Hilfe von Emulgatoren oder Lösungsmitteln, um sie in feinverteilter und damit effektiver Form zu erhalten.

Die Einarbeitung einer solchen Emulsion oder Lösung erfolgt in der Regel durch Aufsprühen auf das formulierte Waschmittel, wodurch aber keine ausreichende Feinverteilung des Antischaummittels und damit nur eine ungenügende, d.h. nur kurzfristige, Wirkung erzielt werden kann. Diese Silikonölzubereitungen (Emulsionen, Lösungen) sind nämlich in den Waschflotten relativ instabil; es kommt infolge der ungenügenden Feinverteilung recht schnell zur Tröpfchenbildung und zur Ablagerung dieser Tröpfchen auf dem Waschgut (Fleckenbildung).

Ein anderer Nachteil dieser Silikonölzubereitungen besteht darin, dass sie in relativ grossen Mengen eingesetzt werden müssen, um überhaupt eine Wirkung (Schaumdämpfung) zu zeigen.

Aufgabe der Erfindung ist daher die Bereitstellung eines neuen Verfahrens zur Herstellung schaumregulierter Waschmittel durch eine verbesserte Einarbeitung von Antischaummitteln auf Silikonölbasis in die formulierten Waschmittel oder einer ihrer Komponenten unter Erzielung eines verbesserten Effekts bei gleichzeitiger Herabsetzung der Einsatzmenge.

Es wurde nun gefunden, dass man die gestellte Aufgabe erfindungsgemäss lösen und die erwähnten Nachteile überwinden kann, wenn man Antischaummittel auf Silikonölbasis in einem Lösungsmittel löst oder homogen verteilt, die Lösung mit dem festen pulverförmigen Waschmittel oder mit einem wasserlöslichen nicht-tensidischen Bestandteil des Waschmittels homogen vermischt, dann das Lösungsmittel wieder entfernt und – sofern nur ein Bestandteil des Waschmittels verwendet wurde – diesen zur Herstellung eines Waschmittels einsetzt.

Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist daher ein Verfahren zur Herstellung schaumregulierter pulverförmiger Waschmittel, dadurch gekennzeichnet, dass man

(a) 90 bis 99,9 Gewichtsteile

(a₁) eines pulverförmigen formulierten Waschmittels oder

(a₂) eines pulverförmigen wasserlöslichen nicht-tensidischen Bestandteils des Waschmittels mit
(b) 0,1 bis 10 Gewichtsteilen Silikonöl oder Silikonöl-Siliziumdioxidgebilden, die in einem Lösungsmittel homogen verteilt oder gelöst sind,

homogen vermischt, anschliessend das Lösungsmittel abdestilliert, wobei das Lösungsmittel einen Siedepunkt aufweist, der unterhalb des Schmelzpunktes der Komponenten (a₁) und (a₂) liegt, und – sofern die Komponente (a₂) verwendet wird – mit weiteren, zur Herstellung eines Waschmittels notwendigen Bestandteilen vermischt.

In einem weiteren erfindungsgemässen Verfahren erfolgt die Entfernung des Lösungsmittels durch Trocknung, insbesondere Sprühtrocknung. Gegenstand der Erfindung sind ferner auch die verfahrensgemäss hergestellten schaumregulierten pulverförmigen Waschmittel.

Bei der Komponente (a₁) handelt es sich um pulverförmige Waschmittel (Waschpulver) üblicher Zusammensetzung. Sie enthalten also z.B. Gerüststoffe (Builder), Waschrohstoffe, alkalisch oder neutral reagierende anorganische oder organische Salze, Alkalimetallsilikate, Bleichmittel (Perverbindungen), Stabilisierungsmittel, z.B. Magnesiumsilikate, optische Aufheller, Duft- und Farbstoffe, Weichmacher, Antimikrobika, Enzyme, Korrosionsinhibitoren und Schmutzsuspendiermittel (Schmutzträger). Die Waschmittel können als Gerüststoffe (Builder) bis zu 60 Gewichtsprozent an Phosphaten, vorzugsweise von Alkalisalzen von kondensierten Phosphaten, wie Pyrophosphaten, Tri- oder Tetraphosphaten oder auch Metaphosphaten enthalten. Die kondensierten Phosphate können auch ganz oder teilweise durch organische, die Kalkhärte des Wassers bindende Komplexbildner ersetzt werden. Beispiele für derartige Verbindungen sind die Alkalisalze der Nitrilotriessigsäure oder Äthylendiaminotetraessigsäure, ferner Organophosphorverbindungen, wie Aminoalkylenphosphonsäuren und Hydroxyäthan-1,1-diphosphonsäure sowie deren Alkalisalze. Geeignete Gerüstsubstanzen können ausserdem auch Polymere von ungesättigten Carbonsäuren und deren wasserlösliche Salze, beispielsweise Polymaleinsäure, Polyitaconsäure, Polymesaconsäure, Polyfumarsäure, Polyacnitsäure, Polymethylenmalonsäure, Polycitraconsäure oder entsprechende Copolymerisate sein. Als Waschrohstoffe, die in einer Menge von etwa 2 bis 50 Gewichtsprozent in den Waschmitteln vorhanden sein können, sind insbesondere anionische, amphotere oder nichtionische Tenside geeignet.

Die anionischen Tenside sind beispielsweise solche vom Sulfonat- oder Sulfattyp, wie die Alkylbenzolsulfate, insbesondere n-Dodecylbenzolsulfonat, ferner Olefinsulfonate, wie sie z.B. durch Sulfonierung primärer oder sekundärer aliphatischer Monoolefine mit gasförmigem Schwefeltrioxid und anschliessend alkalische oder saure Hydrolyse erhalten werden, sowie Alkylsulfonate, wie sie aus n-Alkanen durch Sulfochlorierung oder Sulfoxidation und anschliessend Hydrolyse bzw. Neutralisation oder Bisulfitaddition an Olefine erhältlich sind. Geeignet sind ferner α-Sulfofettsäureester, primäre und sekundäre Alkylsulfate von höhermolekularen Alkoholen. Weitere Verbindungen dieser Klasse, die gegebenenfalls in den Waschmitteln vorliegen können, sind die höhermolekularen sulfatierten Teiläther und -ester von mehrwertigen Alkoholen, wie die Alkalisalze oder Monoalkyläther bzw. der Monofettsäureester des Glycerinmonoschwefelsäureesters bzw. der 1,2-Dioxypropansulfonsäure. Ferner kommen Sulfate von äthoxylierten und/oder propoxylierten Fettsäureamiden und Alkylphenolen sowie Fettsäuretauride in Betracht. Weitere geeignete Verbindungen sind die sulfonierten Benzimidazolderivate. Ebenfalls geeignet als anionische Waschrohstoffe sind Alkaliseifen von Fettsäuren natürlichen oder synthetischen Ursprungs, z.B. die Natriumseife von Kokos-, Palmkern- oder Talgfettsäuren. Als zwitterionische Waschrohstoffe kommen Alkylbetaine und ins-

besondere Alkylsulfobetaine in Frage, z.B. das 3-(N,N-Dimethyl-N-alkylammonium)-propan-1-sulfonat und 3-(N,N-Dimethyl-N-alkylammonium)-2-hydroxypropan-1-sulfonat.

Die anionischen Waschrohstoffe können in Form der Natrium-, Kalium- und Ammoniumsalze sowie als Salze organischer Basen, wie Mono-, Di- und Triäthanolamin, vorliegen. Sofern die genannten anionischen und zwitterionischen Verbindungen einen aliphatischen Kohlenwasserstoffrest besitzen, ist dieser bevorzugt geradkettig und kann 8 bis 22 Kohlenstoffatome aufweisen. In den Verbindungen mit einem araliphatischen Kohlenwasserstoffrest enthalten die vorzugsweise unverzweigten Alkylketten im Mittel etwa 6 bis 16 Kohlenstoffatome.

Als nichtionische oberflächenaktive Waschaktivsubstanzen kommen in erster Linie Polyglykolätherderivate von aliphatischen Alkoholen, gesättigten oder ungesättigten Fettsäuren und Alkylphenolen in Frage, die 3 bis 30 Glykoläthergruppen und 8 bis 20 Kohlenstoffatome im Kohlenwasserstoffrest enthalten.

Besonders geeignet sind Polyglykolätherderivate, in denen die Zahl der Äthylenglykoläthergruppen 5 bis 25 beträgt und deren Kohlenwasserstoffreste sich von geradkettigen, primären Alkoholen mit 12 bis 18 Kohlenstoffatomen oder von Alkylphenolen mit einer geradkettigen, 6 bis 14 Kohlenstoffatome aufweisenden Alkylkette ableiten. Gegebenenfalls kann man die letztgenannten Polyäthylenglykoläther durch Anlagerung von Propylenoxyd, z.B. bis 25 Mol, weiter modifizieren.

Weiter geeignete nichtionische Waschrohstoffe sind die wasserlöslichen, 20 bis 250 Äthylenglykoläthergruppen und 10 bis 100 Propylenglykoläthergruppen enthaltenden Polyäthylenglykoxidaddukte an Polypropylenglykol, Äthylendiaminopolypropylenglykol und Alkylpolypropylenglykol mit 1 bis 10 Kohlenstoffatomen in der Alkylkette. Die genannten Verbindungen enthalten üblicherweise pro Propylenglykol-Einheit 1 bis 5 Äthylenglykoleinheiten. Auch nichtionische Verbindungen vom Typ der langkettigen Aminoxide und Sulfoxide, die gegebenenfalls auch äthoxyliert sein können, sind verwendbar.

Die alkalisch oder neutral reagierenden Salze sind insbesondere Natriumchlorid, Natriumsulfat, Natriumbicarbonat oder deren Gemische. Alkalimetallsilikate sind Natrium- oder Kaliumsilikate sowie ebenfalls deren Gemische. Übliche Bleichmittel sind z.B. Perborate, Caroate (KHSO₅), Perbenzoate, Peroxyphthalate oder Percarbonate (Alkalimetallsalze), die in der Regel zusammen mit Aktivatoren, wie z.B. Tetraacetyläthylendiamin, verwendet werden.

Als Aufheller können üblicherweise Diphenyldistyrylverbindungen sowie Derivate der Aminostilbensulfonsäure oder der Diaminostilbensulfonsäure, der Diarylpyrazoline, des Carbostyryls, des 1,2-Di-(2-benzoxazolyl)- oder 1,2-Di-(2-benzimidazolyl)-äthylens, des Benzoxazolyl-thiophens und des Cumarins in Frage kommen. Die Menge der Aufheller beträgt etwa 0.001 bis 2 Gewichtsprozent bezogen auf das Waschmittel.

Korrosionsinhibitoren sind beispielsweise Natriumaluminat oder Natriumzinkat während als geeignete Schmutzsuspendiermittel (Schmutzträger) Natriumcarboxymethylcellulose, Natriumcellulosesulfat, niedere Alkyl- und Hydroxyalkylcelluloseäther, wie Äthylhydroxyäthylcellulose, Äthylhydroxypropylcellulose, Hydroxyäthylcellulose sowie Polyvinylpyrrolidon in Frage kommen können. Wird nicht das gesamte pulverförmige und bereits formulierte Waschmittel (Komponente (a₁)), sondern nur ein pulverförmiger wasserlöslicher, nicht-tensidischer Bestandteil des Waschmittels (Komponente (a₂)) im erfindungsgemässen Verfahren eingesetzt, so werden die Bestandteile ausgewählt, die in so ausreichendem Masse im Waschmittel vorhanden sind, dass sie nach der erfindungsgemässen Modifikation durch die Komponente (b) dem Gesamtwaschmittel die gewünschten Eigenschaften bezüglich des Schaumverhaltens (Kontrolle des Schaums) geben können.

Geeignet als Komponente (a₂) sind daher vorzugsweise die

als Hauptbestandteile des Waschmittels vorliegenden Gerüststoffe, die Bleichmittel und die Neutralsalze oder gegebenenfalls auch Gemische dieser Bestandteile. Die waschaktiven Bestandteile (Tenside) sind nicht geeignet, da sie die Komponente (b) emulgieren und damit eine Beeinträchtigung der Schaumregulierung verursachen würden. Gemäss einer bevorzugten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung wird so vorgegangen, dass nicht das ganze Waschmittel, sondern nur eines der genannten Bestandteile (Komponente (a₂)) mit der Komponente (b) behandelt und die so modifizierte Komponente (a₂) dann zur Herstellung eines vollständigen Waschmittels verwendet wird. Diese Ausführungsform ist bedeutend ökonomischer, als wenn man das ganze Waschmittel mit der Komponente (b) behandelt, insbesondere da geringere Volumina Lösungsmittel durch Destillation oder auf andere Weise aus dem Gemisch der Komponenten (a₂) und (b) entfernt werden müssen. Als Komponente (b) geeignete Silikonöle sind in der Regel Organopolysiloxane (gegebenenfalls mit Hydroxyl an den Enden blockiert) wie z.B. Polyalkyl-, Polyaryl- oder Polyarylkylsiloxane, cycloaliphatische Polysiloxane oder mit Oxyalkylengruppen modifizierte Siloxane mit Molekulargewichten von 1000 bis 100 000, insbesondere Polyalkylsiloxane, worin Alkyl 1 bis 6 Kohlenstoffatome enthält, die eine Viskosität bei 25 °C von 0,001 bis 15, vorzugsweise von 0,05 bis 3 Pa·s aufweisen. Spezielle Beispiele für die vorgenannten Polyalkylsiloxane sind Polydimethylsiloxan, Polydiäthylsiloxan, Polydi-propylsiloxan, Polymethyläthylsiloxan, Polymethylpropylsiloxan, Polydiäthylsiloxan, Polydiethylsiloxan oder Polydioctylsiloxan. Polydimethylsiloxane sind bevorzugt.

Die Silikonöle sind in der Regel bekannte Handelsprodukte, die neben den Polysiloxanen gegebenenfalls noch übliche Zusätze, wie z.B. kolloidale Kieselsäure oder oberflächenaktive Hilfsmittel, z.B. Emulgatoren auf Polyäthylenglykolbasis, enthalten können.

Die Silikonöle können also zusammen mit oberflächenaktiven Hilfsmitteln, z.B. den genannten Emulgatoren auf Polyäthylenglykolbasis, oder vorzugsweise auch emulgatorfrei eingesetzt werden.

Gegebenenfalls enthält die Komponente (b) zusätzlich einen flüssigen Kohlenwasserstoff. Als Kohlenwasserstoffe können bei Raumtemperatur und unter Normaldruck flüssige aliphatische, cycloaliphatische oder aromatische Kohlenwasserstoffe verwendet werden.

Diese Kohlenwasserstoffe besitzen durchschnittlich etwa 6 bis 25 Kohlenstoffatome und einen Siedepunkt von mindestens 65 °C.

Bevorzugte Kohlenwasserstoffe sind Hexan, Heptan, Octan, raffinierte Petroläther, Naphtha, Benzol, Toluol, Xylol und insbesondere paraffinisches oder naphthenisches Mineralöl. Gegebenenfalls können Gemische aus zwei oder mehreren Kohlenwasserstoffen verwendet werden.

Das Gewichtsverhältnis der in der Komponente (b) enthaltenen Kohlenwasserstoffe, der kolloidalen Kieselsäure und der Polyalkylsiloxane zueinander kann beispielsweise (90 bis 95):(4,75 bis 9,5):(0,25 bis 0,5) betragen.

Das erfindungsgemässe Verfahren kann nun so durchgeführt werden, dass man die Silikonölkompone (b), die in einem Lösungsmittel homogen verteilt oder gelöst vorliegt, zusammen mit den Komponenten (a₁) oder (a₂) zu einem Brei vermischt und anschliessend das Lösungsmittel, das einen Siedepunkt aufweisen soll, der unterhalb des Schmelzpunktes der Komponenten (a₁) oder (a₂) liegt, abdestilliert. Anstelle durch Destillation kann man das Lösungsmittel auch durch Trocknung, insbesondere Sprühtrocknung entfernen. Das genannte Lösungsmittel, in dem die silikonöhlhaltige Komponente (b) vorgelegt wird (bei Raumtemperatur (20 bis 25 °C) oder auch bei höheren Temperaturen, entsprechend den Siedepunkten der verwendeten Lösungsmittel), wird auch verwendet, wenn

die Komponente (b) im Gemisch mit den aliphatischen, cycloaliphatischen oder aromatischen Kohlenwasserstoffen vorliegt, deren Menge bis zu 95 Gewichtsprozent, bezogen auf die gesamte Komponente (b), betragen kann.

Geeignete Lösungsmittel sind beispielsweise aliphatische Alkohole mit 1 bis 8 Kohlenstoffatomen, Halogenkohlenwasserstoffe mit 1 oder 2 Kohlenstoffatomen, Ketone mit 3 bis 10 Kohlenstoffatomen, Carbonsäureester mit 2 bis 6 Kohlenstoffatomen oder gegebenenfalls substituierte Benzole. Spezielle Beispiele sind Methanol, Äthanol, Propanol, Isopropanol, Butanol, Amylalkohol, Hexanol, 2-Äthylhexanol, Methylenchlorid, Chloroform, Tetrachlorkohlenstoff, Tetrachloräthan, Perchloräthylen, Aceton, Methyläthylketon, Diäthylketon, Methyl-n-propylketon, Methyl-t-butylketon, Di-n-propylketon, Hexanon-(2), Hexanon-(3), Essigsäuremethylester, Essigsäureäthylester, Essigsäurepropylester, Essigsäurebutylester, Methyl- und Äthylformiat, Benzol, Toluol sowie die Xylole. Die Menge des Lösungsmittels kann in weiten Grenzen schwanken und z.B. die 10- bis 100fache Menge der Komponente (b) betragen.

Bevorzugt sind solche Lösungsmittel, die einen Siedepunkt bis höchstens 150 °C aufweisen. Die Auswahl der Lösungsmittel soll so geschehen, dass der Siedepunkt des Lösungsmittels unterhalb des Schmelzpunktes der Komponenten (a₁) und (a₂) liegt, damit ein Schmelzen der Komponenten während des Destillations- oder Trocknungsvorgangs vermieden wird. Ein zusätzlicher Zerkleinerungsprozess, z.B. ein Mahlprozess, wäre dann nämlich nötig, um diese Schmelze in ein trockenes freifliessendes Pulver zu überführen.

Verwendet man die Sprühtrocknung zum Entfernen des Lösungsmittels, so werden bevorzugt nicht-brennbare Lösungsmittel eingesetzt.

Die Einarbeitung der mit Silikonöl oder Silikonöl enthaltenden Gemischen modifizierten Komponente (a₂) in die übrigen – in der Regel bereits als Gemisch vorliegenden – Bestandteile, die zur Herstellung eines Waschmittels notwendig sind, erfolgt nach bekannten und üblichen Methoden, z.B. durch Beimischen und Homogenisieren in dafür geeigneten Mischanlagen.

Die so erhaltenen pulverförmigen Waschmittel können als Pulver, Agglomerate oder Granulate vorliegen. Sie sind sowohl als Haushaltswaschmittel als auch als Waschmittel für industrielle Waschverfahren einsetzbar.

Der Ausdruck pulverförmig wird hier in seiner allgemeinen Bedeutung verwendet, wie er gewöhnlich in Verbindung mit Wasch- und Reinigungsmitteln benutzt wird, so dass Partikelgrössen von feinpulvrig bis grobkörnig einschliesslich Granulate und Agglomerate umfasst sind. Das erfindungsgemässe Verfahren erlaubt in einfacher Weise pulverförmige Waschmittel jedes beliebigen Schaumvermögens herzustellen. Die gewünschte Schaumregulierung, insbesondere die Schaumdämpfung, ist während des gesamten Waschvorgangs, der in einem breiten Temperaturintervall (30 bis 100 °C) erfolgen kann, stabil. Es erfolgt keine Agglomeration der Silikonölkompone (b), die zur, insbesondere bei Haushaltswäsche, unerwünschten Fleckenbildung auf dem Waschgut führt.

In den nachfolgenden Beispielen beziehen sich – sofern nicht anders angegeben – die Teile und Prozente auf das Gewicht.

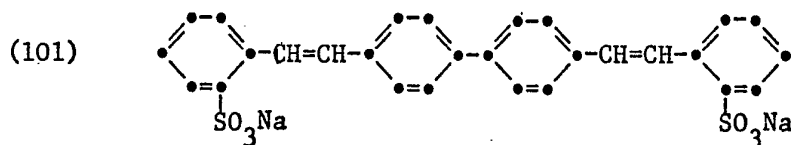
Beispiel 1:

(A) In einem beheizbaren Rührkessel werden 340 g Isopropanol mit 50 g Silikonöl (SAG 100) homogen vermischt. Dann werden 610 g Tetrakaliumpyrophosphat zugegeben und zu einem homogenen Brei vermischt. Anschliessend wird das Gemisch aufgeheizt, das Isopropanol durch Destillation entfernt und zur Wiederverwendung mittels eines Kühlers abgeschieden. Während des Destillierens wird ständig weiter gerührt. Es resultiert in quantitativer Ausbeute (660 g) ein trok-

kenes, geruchfreies Pulver. Präparat (A).

(B) Das so erhaltene Pulver wird zur Herstellung eines schaumregulierten Waschmittels verwendet, das die folgende Zusammensetzung aufweist:

10% Dodecylbenzolsulfonat
5% Talgalkoholäthoxylat $[R-(OCH_2CH_2)_{25}OH]$
30% Tetrakaliumpyrophosphat
10% Präparat (A)
5 35% Natriumperborat
0,1% des Aufhellmittels der Formel



1,5% Carboxymethylcellulose
2,4% Natriumsilikat
0,2% Magnesiumsilikat
0,8% Äthylendiamintetraessigsäure
5% Natriumsulfat
100% Waschmittel

Die Bestandteile werden in einer geeigneten Mischanlage homogen verteilt.

(C) Vergleichende Schaumprüfung

Geprüft wurde nach DIN 53902. Einsatzmenge 10 g/l Waschmittel. Das Waschmittel wird 1 Minute lang geschüttelt und dann die Schaummenge 1 bzw. 5 Minuten nach Beendigung des Schüttelns gemessen.

Prüfergebnisse:

Waschmittel	Schaum (ml)	
	1 Minute	5 Minuten
Waschmittel gemäss (B)	10	10
Waschmittel gemäss (B), ohne den Zusatz des Präparats (A)	650	390
Waschmittel gemäss (B) mit 5% Präparat (A)	60	10

Anstelle von Tetrakaliumpyrophosphat können auch das Natriumperborat oder Natriumsulfat oder auch das ganze Waschmittel wie in (A) beschrieben behandelt werden, wobei vergleichbare Ergebnisse erreicht werden. Die Behandlung des ganzen Waschmittels ist aber in der Regel weniger ökonomisch als die Behandlung der genannten Bestandteile des Waschmittels.

Beispiel 2:

Analog der Methode zur Herstellung des Präparats A. In Beispiel 1 werden die folgenden Präparate hergestellt:

B. 90 Teile Natriumtripolyphosphat
10 Teile Silikonöl (SAG 100)
30 Teile Isopropanol.
100 Teile

Nach dem Abdestillieren des Lösungsmittels erhält man Präparat B. Von diesem Präparat können 0,05% bis 5% (bezogen auf das Waschmittel) im Waschmittel eingesetzt werden.

C. 99,5 Teile Natriumtripolyphosphat,
0,5 Teile Silikonöl (SAG 100)
35 Teile Isopropanol.
100 Teile

Nach dem Abdestillieren des Lösungsmittels erhält man Präparat C. Von diesem Präparat können 0,5% bis 30% in Waschmittel eingesetzt werden.

D. 90 Teile Natriumsulfat
15 10 Teile Silikonöl (SAG 100)
30 Teile Isopropanol
100 Teile

Nach dem Abdestillieren des Lösungsmittels erhält man Präparat D. Von diesem Präparat können 0,05% bis 5% im Waschmittel eingesetzt werden. Die Menge Silikonöl kann im gleichen Rahmen wie bei Präparat (C) bei entsprechenden Einsatzmengen in der Formulierung variiert werden.

25 E. 90 Teile Natriumperborat,
1 Teil Silikonöl (SAG 100)
30 Teile Isopropanol.

Das Abdestillieren des Lösungsmittels wird unter Vakuum bei etwa 60 °C durchgeführt, da bei höheren Temperaturen das Perborat schmilzt. Man erhält 91 Teile Präparat E. Als Zusatz zu Waschmitteln können von diesem Präparat 0,5% bis 25% eingesetzt werden.

35 F. 95 Teile Natriummetasilikat, wasserfrei,
5 Teile Silikonöl (SAG 100)
40 Teile Isopropanol
100 Teile

40 Nach dem Abdestillieren des Lösungsmittels erhält man Präparat F, das in gleichen Mengen wie Präparat E den Waschmitteln zugesetzt werden kann.

45 G. 97,8 Teile Natriumcarbonat
2,2 Teile Silikonöl (SAG 100),
40 Teile Isopropanol

Nach dem Abdestillieren des Lösungsmittels erhält man 100 Teile Präparat G, das in gleichen Mengen wie Präparat D den Waschmitteln zugesetzt werden kann. Anstelle des genannten Silikonöls können auch andere handelsübliche Silikonöle verwendet werden.

Beispiel 3:

55 Wie in Beispiel 1 (B) beschrieben, werden schaumregulierende Waschmittel mit folgender Zusammensetzung hergestellt:

3.1 31% Natriumkokosfettseife
60 30% Präparat C
5% Natriumsilikat (Wasserglas, trocken)
0,05% des Aufhellers der Formel
5% Natriumperborat
3% Magnesiumsilikat
65 25,95% Natriumsulfat
100% schaumarmes Vollwaschmittel

3.2	11%	Dodecylbenzolsulfonat
	3%	Umsetzungsprodukt aus 1 Mol Octylphenol und 12 Mol Äthylenoxid
	14%	Kaliumhexametaphosphat
	1%	Präparat B
	10%	Natriumperborat
	20%	Soda (calciniert)
	1%	Carboxymethylcellulose
	2%	Magnesiumsilikat
	38%	Natriumsulfat
	100%	schaumarmes Vollwaschmittel

3.3	10%	Dodecylbenzolsulfonat
	3%	Umsetzungsprodukt aus 1 Mol Octylphenol und 16 Mol Äthylenoxyd
	1%	Kokosfettsäuremonoäthanolamid
	3%	Soda (calciniert)
	2%	Präparat G
	35%	Natriumtripolyphosphat
	46%	Natriumsulfat
	100%	schaumarmes Buntwaschmittel

3.4	12%	Umsetzungsprodukt aus 1 Mol Nonylphenol und 2 Mol Äthylenoxyd
	20%	Natriumtripolyphosphat
	25%	Soda (calciniert)
5	15,5%	Natriumsilikat
	0,5%	Präparat F
	2%	Carboxymethylcellulose
	25%	Natriumsulfat (calciniert)
10	100%	schaumarmes Waschmittel auf nichtionogener Basis

Schaumprüfung wie in Beispiel 1(C) beschrieben:

15	Waschmittel	Schaum (ml)	
		1 Minute	5 Minuten
3.1	ohne Zusatz von Präparat C	60	40
	ohne Zusatz von Präparat C	280	150
20	3.2 ohne Zusatz von Präparat B	30	10
	3.2 ohne Zusatz von Präparat B	280	150
	3.3 ohne Zusatz von Präparat G	10	5
	3.3 ohne Zusatz von Präparat G	240	100
	3.4 ohne Zusatz von Präparat F	140	50
25	3.4 ohne Zusatz von Präparat F	290	160