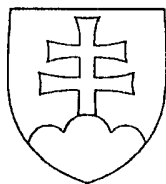


SLOVENSKÁ REPUBLIKA

(19)

SK



ÚRAD
PRIEMYSELNÉHO
VLASTNÍCTVA
SLOVENSKEJ REPUBLIKY

**ZVEREJNENÁ PRIHLÁŠKA
VYNÁLEZU**

(22) 13.01.94
(31) 730 155
(32) 15.07.91
(33) US
(43) 10.08.94
(86) PCT/US92/05659

(21)

44-94

(13) A3

(51)

**C 11 D 1/14,
17/06, 11/02**

(71) THE PROCTER AND GAMBLE COMPANY, Cincinnati, OH, US;

(72) KAMINSKY George John, Cincinnati, OH, US;
MUELLER Frank Joseph, Cincinnati, OH, US;

(54) Spôsob prípravy granulovanej detergentnej kompozície zo zmesi granúl a alkylsulfátových častíc

(57) Spôsob prípravy granulovanej detergentnej kompozície zahrňuje sušenie kaše, ktorá obsahuje na hmotnosť granúl získaných týmto spôsobom menej ako 2 % alkylsulfátu, do 40 % aniónovej povrchovo aktívnej látky inej ako je alkylsulfát, 10 až 80 % detergentného plnidla a 1 až 15 % rozpustného kremičitanu. Spôsob prípravy ďalej zahrňuje získanie alkylsulfátových častíc kontinuálnou neutralizáciou tak, že tieto častice obsahujú na hmotnosť alkylsulfátových častíc 60 až 99 % C₁₂₋₁₈ alkylsulfátu etoxylovaného do 4 mólov etylénoxidom na mol alkylsulfátu a zmiešanie granúl získaných rozprašovacím spôsobom sušenia s časticami alkylsulfátu v pomere od 10 : 90 do 99 : 1.

- 1 -

Spôsob prípravy granulovanej detergentnej kompozície zo zmesi granúl a alkylsulfátových častíc.

Oblasť techniky

Predmetom vynálezu je príprava detergentných kompozícií z oddelene pripravovaných základných granúl zhotovených rozprašovacím spôsobom sušenia, ktoré sa zmiešajú s alkylsulfátovými časticami.

Doterajší stav techniky

Obvyklý spôsob prípravy detergentných granúl spočíva v sušení rozprašovaním. Detergentné zložky, ako sú povrchovo aktívne látky, plnidlá, kremičitany a uhličitaný sa zmiešajú v nádobe za vzniku kaše, ktorá obsahuje 35 až 50% vody. Táto kaša sa potom v rozprašovacej sušiarňi atomizuje, čím sa zníži obsah vlhkosti. Častice, ktoré sa získajú rozprašovacím spôsobom sušenia sa môžu zhutňovať za vzniku zhutnených detergentných granúl, ako napr. v US patente č. 4 715 979. Napriek tomu metódy sušenia rozprašovaním obvyčajne zahrňujú množstvo (menej než 40%) organických zložiek, ako sú povrchovo aktívne látky, ktoré prispievajú k zlepšeniu životného prostredia a k bezpečnosti.

Alternatívny spôsob prípravy detergentných častíc pozostáva z kontinuálnej neutralizácie, napr. v kontinuálnej neutralizačnej slučke s následnou tvorbou častíc. Americká patentová prihláška č. 647 338, ktorá je pokračovaním prihlášky č. 364 721 prihlásenej 9. 6. 1989 popisuje prípravu vysoko aktívnych (>50% aktívnych) detergentných granúl použitím kontinuálneho neutralizačného systému a následným tvorením častíc. Počas neutralizácie alkylsírových a/alebo alkylbenzénsulfónových kyselín koncentrovaným hydroxidom sodným (> alebo = 62%) pridáva sa polyetylén glykol a/alebo niektoré etoxylované neiónové povrchovo aktívne látky. Je to popísané v EP 90 306 139.8.

US patentová prihláška č. 552 663 popisuje spôsob

prípravy vysoko aktívnych detergentných častíc reakciou v kontinuálnom neutralizačnom systéme kyslej formy aniónovej povrchovo aktívnej látky s hydroxidom alkalického kovu za prítomnosti kyseliny α - aminodikarboxylovej zo skupiny, ktorá obsahuje kyselinu glutámovú, kyselinu asparágovú, kyselinu aminomalónovú, kyselinu aminoadipovú a kyselinu 2-amino-2-metylpentadiónovú alebo ich alkalické soli.

US patentová prihláška č. 288 759 popisuje spôsob prípravy koncentrovaných povrchovo aktívnych granúl z pasty vysoko povrchovo aktívnej látky použitím jemnej disperznej granulácie za studena.

US patent č. 4 534 879 popisuje spôsob prípravy povrchovo aktívnych vločiek z pasty, ktorá sa suší na valcovom bubne. Pasta obsahuje alkylsulfát sodný, alkylbenzénsulfonát sodný a vo vode rozpustné anorganické soli. Teplé vločky sa ochladzujú v prostredí s nízkou vlhkosťou a nízkym rosným bodom.

Ani jeden z uvedených vynálezov nepopisuje priamy postup prípravy granulovanej detergentnej kompozície zmiešaním vysoko aktívnych alkylsulfátových častíc so základnými granulami, ktoré sú pripravené rozprašovacím spôsobom sušenia. Základné granule neobsahujú alkylsulfát alebo len malé množstvo. Nepopisujú ani kompozíciu obsahujúcu častice s vysokým obsahom alkylsulfátu a C_{10-16} lineárneho alkylbenzénsulfonátu a/alebo mydla C_{12-18} s granulami, ktoré obsahujú detergentné plnidlo a rozpustný kremičitan a ktoré v podstate neobsahujú alkylsulfát.

Podstata vynálezu

Predmetom vynálezu je spôsob prípravy granulovanej detergentnej kompozície

a., sušením kaše rozprašovacím spôsobom tak, aby sa získali granule, ktoré na svoju hmotnosť obsahujú menej ako 2 % alkylsulfátu, 0 až 40 % aniónovej povrchovo aktívnej látky inej ako je alkylsulfát, 10 až 80 % detergentného plnidla a 1 až 15 % rozpustného kremičitanu

b., príprava alkylsulfátových častíc kontinuálnou neutralizáciou tak, aby na hmotnosť alkylsulfátových častíc obsahovali 60 až 99 % C_{12-18} alkylsulfátu etoxylovaného 0 až 4 mólmi etylénoxidu na mól alkylsulfátu a

c., zmiešanie rozprašovacím spôsobom získaných granúl s alkylsulfátovými časticami v pomere od 10:90 do 99:1.

Za účelom zníženia emisie dymu z rozprašovacích sušiarňí, a aby sa zlepšili vlastnosti povrchovo aktívnych častíc pripravených rozprašovacím spôsobom sušenia, bol z tohto postupu odstránený alkylsulfát a oddelene sa pripravili "alkylsulfátové častice". Zistilo sa, že odstránením alkylsulfátu zníži sa celkové množstvo lepkavého organického materiálu v "základných granulách" pripravených rozprašovacím spôsobom sušenia.

Ďalej sa zistilo, že výrobné pomery pre bezfosfátové granule môžu sa zvýšiť /až o 30 % vzhľadom na ekvivalent rozprašovacej sušiarne a vlhkosť v sušiarňi/, ak sa alkylsulfát pridá ako zvláštna častica.

Odstránenie ostatných hlavných, často používaných aniónových povrchovo aktívnych látok, lineárnych alkylbenzénsulfonátov z rozprašovacích zariadení nemá vplyv na zníženie dymu, ako je to v prípade alkylsulfátov.

Príprava alkylsulfátových častíc kontinuálnou neutralizáciou je popísaná v US patentových prihláškach č. 647 338 a 552 663.

Granule sa pripravujú obvyklým rozprašovacím spôsobom sušenia. Obsahujú menej ako 2 % alkylsulfátu, detergentné plnidlo a rozpustný kremičitan. Môžu sa pridať aj ďalšie detergentné aditíva, ktoré sa obvykle používajú v granulách získaných rozprašovacím spôsobom sušenia. Alkylsulfátové častice sa pripravujú oddelene použitím kontinuálneho neutralizačného systému, ako je to v ďalšom uvedené. Granule získané rozprašovacím spôsobom sušenia sa miešajú s alkylsulfátovými časticami. Ostatné detergentné prísady sa tiež môžu primiešať.

Zákazníkom požadovaný produkt, ktorý má byť pripravený s

menšou emisiou dymu, s vyššími výrobnými pomermi a so zlepšenými fyzikálnymi vlastnosťami sa dá získať použitím tohto vynálezu. Môže byť zvýšený aj obsah povrchovo aktívnej látky v detergentnej kompozícii pridaním väčšieho množstva alkylsulfátových častíc ku kompozícii. V dôsledku flexibility zmiešavania alkylsulfátových častíc sa ľahko dosiahne vysokej hustoty granulovaných detergentných kompozíc. Detergentné plnidlá, rozpustné kremičitany, aniónové aktívne látky a ostatné požadované zložky môžu byť pridané prostredníctvom granúl pripravených rozprašovacím spôsobom sušenia a vyšší obsah alkylsulfátov, ktorý sa ťažko dá dosiahnuť u granúl rozprašovacím spôsobom sušených sa získa primiešaním alkylsulfátových častíc.

Termin častice sa dá použiť zameniteľne s granulami.

I. Alkylsulfátové častice

Alkylsulfátové častice sa pripravujú kontinuálnou neutralizáciou. Tieto častice sú z 60 až 99 % výhodne z 70 až 90 % vzhľadom na hmotnosť alkylsulfátových častíc tvorené C_{12-18} , výhodne C_{14-16} alkylsulfátmi etoxylovanými 0 až 4 mólmi etylénoxidu na mól alkylsulfátu. Alkylsulfát nemusí byť s výhodou etoxylovaný /žiadny mól etylénoxidu/. Je výhodné, keď alkylsulfátové častice obsahujú 4 až 25 %, výhodne 8 až 14 % na hmotnosť lineárnych alkylbenzénsulfonátov C_{10-16} , a to s výhodou C_{11-14} lineárnych alkylbenzénsulfonátov, hlavne v tom prípade, ak sa použije neetoxylovaný alkylsulfát. Ak sa použije alkyletoxysulfát, je výhodné použiť 0,5 až 2 mólov etylénoxidu na mól alkylsulfátu. Výhodné je pripraviť alkylsulfátové vločky.

Výhodné alkylsulfátové povrchovo aktívne látky sú vo vode rozpustné soli alkalických kovov, amóniové a alkanolamóniové /napr. monoetanolamóniové alebo trietanolamóniové/ soli C_{12-16} lineárnych alebo rozvetvených alkylsulfátov.

Alkylsulfátové častice sú pripravené nasledovnými krokmi.

A. Pridanie kyseliny a žieraviny

Prvý krok tohto postupu zahrňuje reakciu v kontinuálnom neutralizačnom systéme C_{12-18} alkyl /etoxylovanej/ kyseliny sírovej, s výhodou C_{10-16} alkylbenzénových kyselín alebo ich zmesí s roztokom hydroxidu sodného, ktorých množstvo je väčšie alebo sa rovná 62 %-tám hmotnosti hydroxidu. Tento krok reakcie sa s výhodou uskutočňuje bez miešania. Získava sa neutralizovaný produkt, ktorý s výhodou obsahuje do 12 % hmot. vody.

Výhodné je, ak látky detergentnej kompozície nie sú miešané v kontinuálnom neutralizačnom systéme. Z tohto dôvodu kontinuálny neutralizačný systém nemá s výhodou vzduchotesné miešadlo.

Ďalej je výhodné, ak kontinuálny neutralizačný systém neobsahuje žiadne ďalšie surové látky detergentného zloženia. Inými slovami, surové látky, iné ako sú povrchovo aktívne látky, žieraviny a/alebo polyetylénglykol, nie je výhodné zavádzať do systému. Napr. v kontinuálnom neutralizačnom systéme môže byť prítomných najviac 5 %, s výhodou menej ako 1 % ďalších surových látok. Najvýhodnejšie je, keď do kontinuálneho neutralizačného systému nie sú pridané žiadne detergentné plnidlá alebo ďalšie organické látky.

C_{12-18} alkyl /etoxylovaná/ kyselina sírová a C_{10-16} alkylbenzénsulfónová kyselina môžu byť pripravené akoukoľvek sulfatačnou/sulfonačnou reakciou, pričom výhodná je sulfonácia s SO_3 vo vzduchu uskutočnená v reaktore s padajúcim filmom. Vid' *Synthetic Detergents*, 7 vyd., A.S.Davidson and Milwidsky, John Wiley and Sons, Inc., 1987, str. 151 až 168.

Výhodne sa používajú C_{12-18} alkylsírové kyseliny a ich zmesi a C_{10-16} lineárne alkylbenzénsulfónové kyseliny. Zmesi oboch kyselín sú výhodné pre zlepšenú disperzibilitu detergentných častíc z pasty, ktorá je z nich pripravená. Obe kyseliny sa môžu oddelene pridávať do kontinuálneho neutralizačného systému alebo môžu byť zmiešané pred pridaním. Alternatívne môžu byť pasty pripravené z každej kyseliny zvlášť a zmiešané po neutralizácii.

V postupe podľa vynálezu je výhodné, keď konečný pomer C_{12-18} alkylsulfátu sodného k C_{10-16} lineárnemu alkylbenzénsulfonátu sodnému je 75 : 25 až 96 : 4, s výhodou 80 : 20 až 90 : 5.

Z C_{12-18} alkylsírových kyselín použitých v kroku /a/ je výhodné použiť alkylsírové kyseliny C_{14-16} a z nich je najvýhodnejšie použiť C_{14-15} alkylsírové kyseliny.

Z C_{10-16} alkylbenzénových kyselín je výhodné použiť C_{11-14} lineárne alkylbenzénsulfónové kyseliny, z ktorých najvýhodnejšie je použitie C_{12-13} alkylbenzénových kyselín.

Hydroxid sodný použitý v kroku /a/ na neutralizáciu kyseliny alkylsírovej a/alebo kyseliny benzénsulfónovej sa používa vo väčšom alebo v rovnakom množstve ako je 62 % hmotnosti hydroxidu, s výhodou v množstve väčšom alebo rovnom 68 %-tám, s najväčšou výhodou v množstve väčšom alebo rovnom ako je 73 %. Takýto vysoko koncentrovaný žieravý roztok sa taví pri vysokej teplote a preto musí byť teplota systému pre privádzanie žieraviny starostlivo udržiavaná na požadovanej teplote, aby sa zabránilo "studenému bodu". "Studený bod" je ktorékoľvek miesto v privádzanom systéme, na pumpách, v meracích systémoch, rúrkach alebo ventiloch, kde teplota systému môže poklesnúť pod teplotu tavenia žieraviny /napr. $68,3^{\circ}\text{C}$ pre 73 %-nú žieravinu/. Takýto studený bod môže vyvolať kryštalizáciu žieraviny a zablokovat' prevádzkový systém. "Studeným bodom" sa zabráni napr. plášťom s horúcou vodou, elektrickým sledovaním a elektricky vyhrievanými systémami.

Výhodne sa používa mierny nadbytok stechiometrického množstva hydroxidu sodného, ktorý je nevyhnutne potrebný na neutralizáciu kyseliny. Ak prebytok alkality /prebytok žieraviny/ v neutralizačnom systéme je väčší ako 1,5 M_2O /kde M znamená kov/, pasta následkom vysokej viskozity obtiažne cirkuluje v kontinuálnom neutralizačnom systéme. Ak prebytok alkality poklesne pod 0,1 %, pasta stráca stabilitu na dlhšiu dobu a sa hydrolyzuje. Je preto výhodné, aby prebytok alkality, ktorý môže byť meraný titráciou roztavenej pasty kyselinou bol v neutralizačnom systéme od 0,1 do 1,5 %,.

s výhodou 0,2 až 1,0 %. Najvýhodnejší je prebytok od 0,3 do 0,7 %.

Kyselina a žieravina sa do kontinuálneho neutralizačného systému privádzajú cez vysoko účinný strihový mixér, v dôsledku čoho sa tak rýchlo zmiešajú, ako je to možné. Tento mixér je navrhnutý pre úplné zmiešavanie viskózných kvapalín.

Obyčajne sa zložky do kontinuálnej neutralizačnej slučky privádzajú cez čerpadlo /obvykle odstredivku/, ktorá cirkuluje látky cez výmenník tepla v slučke a späť cez čerpadlo, kde sa privádzajú nové látky. Materiál v systéme sa kontinuálne recirkuluje s rovnakým množstvom produktu, ktorý vystupuje zo systému a materiálom, ktorý vstupuje do systému. Produkt vychádza cez kontrolný ventil, ktorý je obyčajne umiestnený za čerpadlom. Recirkulačný pomer kontinuálnej neutralizačnej slučky je 1 : 1 až 50 : 1. Teplota neutralizačnej reakcie sa môže upravovať množstvom chladidla vo výmenníku tepla. Výrobná kapacita môže byť upravená modifikáciou množstva privádzanej kyseliny a žieraviny.

Kontinuálna neutralizačná slučka by mala byť v praxi nasledovne modifikovaná

- /1/ izoláciou slučky
- /2/ zmenou čerpadla na čerpadlo s pozitívnym vytlačovaním, ktoré lepšie prepravuje veľmi viskóznym materiál
- /3/ inštaláciou systému pre prívod žieraviny, ktorý môže prepravovať koncentrovanú žieravinu /viac ako 50 % pevných látok/
- /4/ prívodom látok prostredníctvom vysoko účinného strihového mixéra, ktorý je zabudovaný do systému
- /5/ inštaláciou meracieho systému pre polyetylén glykol a/alebo etoxylovanú povrchovo aktívnu látku. Tento meriaci systém sa s výhodou zabudováva za vysoko výkonný strihový mixér
- /6/ umiestnením vstupujúcich prúdov kyseliny a žieraviny do vysoko výkonného mixéra tak, aby sa dosiahol najvyšší stupeň premiešania

/7/ teplota slučky mala by byť dostatočne vysoká, aby sa dosiahla nízka viskozita pasty a aby bola zaistená adekvátne recirkulácia a zmiešanie. Teplota však nesmie byť tak vysoká, že by dochádzalo k hydrolýze kyseliny alkylsírovej alebo alkylsulfátu. Teplota pasty v slučke je medzi $82,2^{\circ}\text{C}$ a 110°C , výhodne medzi $93,3^{\circ}\text{C}$ a $98,9^{\circ}\text{C}$.

B. Pridanie polyetylénglykolu a/alebo etoxylovanej neiónovej povrchovo aktívnej látky

Druhý krok tohto postupu, ktorý sa môže zvoliť, spočíva v tom, že sa ku kontinuálnemu neutralizačnému systému pridá počas vzniku neutralizovaného produktu polyetylénglykol molekulovej hmotnosti 2 000 až 50 000 a/alebo etoxylovaná neiónová povrchovo aktívna látka vzorca $\text{R}/\text{OC}_2\text{H}_4/\text{nOH}$, kde R znamená alkyl s C_{12-18} uhlíkovými atómami alebo alkylfenyl s C_{8-16} uhlíkovými atómami a n predstavuje číslo od 9 do 80, s bodom topenia $48,9$ alebo vyšším. Hmotnostný pomer aditívy z tohto kroku k zmesi popísanej v kroku A je od 1 : 5 do 1 : 20.

Polyetylénglykol a/alebo etoxylovaná neiónová povrchovo aktívna látka môžu sa pridávať oddelene alebo ako zmes ku kontinuálnemu neutralizačnému systému v ktoromkoľvek mieste. V neutralizačnej slučke môžu sa tieto aditíva výhodne pridávať po vysoko účinnom strihovom mixéri a pred recirkulačným čerpadlom. Pred pridaním do neutralizačného systému musia byť aditíva roztavené, aby sa dali odmerať.

Aditíva sa používajú preto, lebo zvyšujú detergentnú účinnosť a keďže pri teplote pod $48,9^{\circ}\text{C}$, môžu sa z neutralizovanej pasty pripraviť detergentné častice, ktoré sú v pevnom stave pri teplote okolia. Aditíva znižujú aj viskozitu vysoko aktívnej pasty v neutralizačnej slučke. Toto zníženie viskozity je zvlášť dôležité na začiatku neutralizačnej slučky, v ktorej je koncentrácia povrchovo aktívnej látky zvýšená v dôsledku toho, že sa jedná o oblasť "strednej fázy". Niektoré alkylsulfáty majú veľmi vysokú viskozitu v "strednej fáze", a to obvykle pri koncentrácii 40% až 60 %.

Polyetylén glykol molekulovej hmotnosti 2 000 až 50 000 je výhodnejší ako etoxylované neiónové povrchovo aktívne látky. Výhodný je polyetylén glykol molekulovej hmotnosti medzi 7 000 a 12 000, avšak najvýhodnejší je polyetylén glykol molekulovej hmotnosti 8 000 /"PEG 8 000"/. Výhodný je hmotnostný pomer polyetylén glykolu k zmesi kyselina/žieravina v kroku /a/ od 1 : 8 do 1 : 20. Pokiaľ sa použije polyetylén glykol s molekulárnou hmotnosťou 8 000, výhodný hmotnostný pomer je jedna časť PEG 8 000 na desať častí zmesi kyselina/žieravina.

Polyetylén glykol sa pripravuje polymerizáciou etylén glykolu s etylén oxidom v takom množstve aby sa získala zlúčenina s molekulovou hmotnosťou medzi 2 000 až 50 000. Môže byť získaný aj od firmy Union Carbide /Danbury, CT/.

Výhodná neiónová povrchovo aktívna látka je zlúčenina vzorca $R/OC_2H_4/nOH$, v ktorom R je alkylová skupina C_{12-18} a znamená číslo od 12 do 30. Najvýhodnejší je alkohol odvodený od loja, ktorý je etoxylovaný 18 mólmi etylén oxidu na mól alkoholu /"TAE 18"/. Výhodný bod topenia pre etoxylované neiónové povrchovo aktívne látky je nad $60^{\circ}C$.

Priklady ostatných etoxylovaných neiónových povrchovo aktívnych látok sú kondenzačné produkty jedného mólu decylfenolu so 16 mólmi etylén oxidu alebo jedného mólu hexadecylfenolu s 30 mólmi etylén oxidu.

Kontinuálna neutralizácia sa uskutočňuje postupom, ktorý zahrňuje nasledovné kroky:

/a/ reakciu v kontinuálnej reakčnej slučke kyslej formy alkylsulfátu s 30 až 75 % hmot. roztokom hydroxidu sodného, ktorý sa použije v stechiometrickom množstve, alebo mierne vyššom množstve

/b/ pridávanie kyseliny α -aminokarboxylovej do kontinuálnej neutralizačnej slučky počas tvorenia neutralizovaného produktu. Touto kyselinou môže byť kyselina glutámová, kyselina aspartová, kyselina aminomalónová, kyselina aminoadipová a kyselina 2-amino-2-pentadiónová, alebo ich soli s alkalickými kovmi. Častice, ktoré vznikajú pri

kroku /b/ obsahujú 0,2 až 15 % hmot. kyslej soli α -aminodikarboxylovej kyseliny.

Výhodne sa k neutralizačnej slučke pridáva sol' alkalického kovu kyseliny glutámovej alebo kyseliny aspartovej. Výhodné je napr. pridať do neutralizačnej slučky 1 až 10 % glutamátu mono- a/alebo dvojsodného.

Roztok hydroxidu alkalického kovu obsahuje s výhodou 62 až 73 % hmot. hydroxidu a to s výhodou hydroxid sodný.

Neutralizovaný produkt obsahuje maximálne 12 % hmot. vody.

C. Tvorenie častíc

Tretí krok tohto postupu prípravy alkylsulfátových častíc spočíva v príprave detergentných častíc. Detergentné častice môžu byť formované rôznymi spôsobmi z neutralizovaného produktu, ktorý odchádza z kontinuálneho neutralizačného systému. Požadovaná veľkosť detergentných častíc je v rozsahu od 1 000 do 1 200 mikrometrov, s výhodou od 150 do 600 mikrometrov, s priemernou veľkosťou 300 mikrometrov.

Roztavená pasta z kontinuálnej neutralizačnej slučky môže byť atomizovaná do kvapiek vo veži so sprchovou kryštalizáciou. Sprchová kryštalizácia sa môže obísť tak, že roztavená pasta sa súčasne chladí, vytlačuje a reže alebo melie na požadovanú veľkosť častíc.

Treťou možnosťou je ochladenie roztavenej pasty na ochladzovacom valci alebo na akejkoľvek jednotke pokiaľ sa nedosiahne cestovitá konzistencia, pri ktorej sa môžu ostatné detergentné zložky miesiť. Výsledná pasta sa potom môže granulovať mechanickými prostriedkami.

Štvrtou a pritom najvýhodnejšou možnosťou je ochladenie roztavenej pasty do formy vločiek na chladiacom valci a následné mletie vločiek na požadovanú veľkosť častíc. Ak je nutné ďalšie sušenie, môžu byť ochladené vločky pred mletím sušené v rotačnom bubne teplým vzduchom alebo vo fluidnom lôžku.

II. Granule pripravené rozprašovacím spôsobom sušenia

Granule pripravené rozprašovacím spôsobom sušenia pre použitie týmto spôsobom sa dajú pripraviť akýmkoľvek konvečným spôsobom, ktorý sa používa pre rozprašovací spôsob sušenia. Týmto postupom sa kal, ktorý vzhľadom na výslednú hmotnosť granúl obsahuje menej ako 2 % alkylsulfátu, 0 až 40% aniónovej povrchovo aktívnej látky inej ako alkylsulfát, 10 až 80 % detergentného plnidla a 1 až 15 %, s výhodou 2 až 5 % rozpustného kremičitanu /ako štruktúrneho činidla/ podrobí sušeniu rozprašovacím spôsobom.

S výhodou sa používa 5 až 30 % aniónovej povrchovo aktívnej látky, ktorou je napr. C_{10-16} lineárny alkylbenzénsulfonát. Zvlášť výhodné je použiť 10 až 20 % C_{11-14} lineárneho alkylbenzénsulfonátu sodného.

Výhodné sú bezfostátové granule. Granule pripravené rozprašovacím spôsobom sušenia obsahujú s výhodou 30 až 60 % hmot. detergentného plnidla zo skupiny, ktorá obsahuje uhličitan, citrát, hlinitokremičitan a ich zmesi. Zvlášť výhodné sú granule, ktoré obsahujú 5 až 60 % hmot. uhličitanu sodného a/alebo vo vode rozpustnej anorganickej soli, ktorou môže byť napr. s výhodou síran sodný.

V jednom uskutočnení granule pripravené rozprašovacím spôsobom sušenia obsahujú 5 až 50 % hmot. hlinitokremičitanu sodného.

Postupy, ktoré sa môžu použiť pre rozprašovací spôsob sušenia sú popísané v US patentoch 4 715 979, 4 963 226 a v patente 4 344 871. Tieto patenty sú uvedené ako odkaz.

III. Miešanie

Granule pripravené rozprašovacím spôsobom sušenia a alkylsulfátové častice sa zmiešavajú v pomere 10 : 90 až 99 : 1, avšak najvýhodnejšie v pomere 70 : 30 až 90 : 10. Najvýhodnejší je pomer 85 : 15. Zmiešanie sa uskutočňuje obvyklými spôsobmi. Výhodné je, ak sa použije 2 až 40 % na hmotnosť konečnej kompozície detergentného plnidla.

Alkylsulfátové častice a granule pripravené rozprašovacím spôsobom sušenia sa s výhodou miešajú s 3 až 10% kyseliny citrónovej, parfémami a enzýmami vzhľadom na

hmotnosť pripravovanej kompozície.

IV. Požiadavky na kompozíciu

Ide tu o uplatnenie dvoch vynálezov a to o spôsob prípravy kompozície a kompozíciu samotnú.

Samotná kompozícia zahrňuje alkylsulfátové častice, ktoré obsahujú 4 až 20 % C_{10-16} lineárneho alkylbenzénsulfonátu a/alebo C_{12-18} /kokosového/ mydla pre zvýšenie rozpustnosti v studenej vode. Alkylsulfonát je z dôvodov, ktoré sme už uviedli, skôr vo forme vysoko aktívnych častíc ako vo forme základných granúl.

Granulovaná detergentná kompozícia obsahuje na hmotnosť pripravovanej kompozície:

- /a/ 1 až 90 % alkylsulfátových častíc, ktoré na hmotnosť alkylsulfátových častíc obsahujú 60 až 99% C_{12-18} alkylsulfátu etoxylovaného 0 až 4 mólmi etylénoxidu na mól alkylsulfonátu, 4 až 20, % C_{10-16} lineárneho alkylbenzénsulfonátu a/alebo C_{12-18} mydla a
- /b/ 10 až 99 % základných granúl, ktoré na hmotnosť granúl obsahujú menej ako 2 % alkylsulfátu, 0 až 40 % aniónovej povrchovo aktívnej látky inej ako je alkylsulfát, 10 až 80 % detergentného plnidla a 1 až 15 % rozpustného silikátu.

S výhodou podľa vynálezu detergentné kompozície obsahujú na hmotnosť pripravovanej kompozície:

- /a/ 1 až 90 % alkylsulfátových častíc na celkovú hmotnosť, v ktorých je 60 až 99 % C_{12-18} alkylsulfátu, 4 až 20 % C_{10-16} lineárneho alkylbenzénsulfonátu a/alebo mydla, 5 až 20 % polyetylénglykolu molekulovej hmotnosti 2 000 až 50 000, 0,2 až 15 % aminodikarboxylovej kyseliny vybranej zo skupiny kyseliny glutámovej, kyseliny aspartovej a ich alkalické soli a 1 až 15 % vody a/alebo nezreagovaných látok a
- /b/ 10 až 99 % základných granúl, ktoré obsahujú menej ako 2 % fosforu.

Granule pripravené rozprašovacím spôsobom sušenia sa skladajú z 0 až 40 %, s výhodou 2 až 40 % aniónovej povrchovo aktívnej látky, inej ako je alkylsulfát, 10 až 80 % detergentného plnidla a z 1 až 15 % rozpustného kremičitanu.

Najvýhodnejšie sú granule, ktoré pozostávajú z 15 až 20% C_{10-16} lineárneho alkylbenzénsulfonátu a z 2 až 5 %-ného rozpustného kremičitanu sodného. Granule získané rozprašovacím spôsobom sušenia s výhodou obsahujú 30 až 60 % hmot. detergentného plnidla zo skupiny uhličitanov, citrátov, hlinítokremičitanov a ich zmesí. Môžu s výhodou obsahovať 5 až 60 % hmot. uhličitanu sodného a/alebo síranu sodného.

Je výhodné, ak granule pripravené rozprašovacím spôsobom sušenia obsahujú 1 až 10 % homopolyméru alebo kopolyméru kyseliny akrylovej alebo jej solí, s priemernou molekulovou hmotnosťou 1 000 až 10 000. Obsah fosforu v granulovanej detergentnej kompozícii je pod 2 %-tami. Kompozícia s výhodou fosfor neobsahuje.

Ako výhodné možno uviesť nasledovné zloženie alkylsulfátových častíc /a/: obsah C_{11-14} lineárneho alkylbenzénsulfonátu je 6 až 12 %, obsah C_{14-16} alkylsulfátu je 65 až 90 %, obsah polyetylén glykolu s molekulovou hmotnosťou 4 000 až 12 000 je 5 až 15 % a obsah soli kyseliny -aminodikarboxylovej je 1 až 3 %, pričom zvlášť výhodný je glutamát mono- a/alebo dvojsodný a obsah vody a/alebo nezreagovaných látok je 2 až 8 %.

Výhodné je, ak lineárny alkylbenzénsulfonát k alkylsulfátu je v pomere 60 : 40 až 80 : 20. Zvlášť výhodný je pomer 70 : 30.

Kompozícia ďalej s výhodou obsahuje /prídavne k obom typom granúl/: /c/ detergenté plnidlo v množstve 2 až 40 %, s výhodou 5 až 15 % na hmotnosť pripravovanej kompozície alebo /c/ 3 až 10 % kyseliny citrónovej na množstvo pripravovanej kompozície a účinné množstvo parfumov a enzýmov. Z enzýmov sa s výhodou používa proteáza, lipáza a/alebo celulóza v menšom množstve ako sú 3 %-tá na hmotnosť kompozície, ako parfumy.

Pomer /a/ : /b/ s výhodou je 50 : 50 až 1 : 99, zvlášť

výhodný je pomer 30 : 70 až 10 : 90.

V. Voliteľné zložky

Príklady detergentných povrchovo aktívnych látok, ktoré môžu byť použité podľa vynálezu sú popísané v US patente č. 3 579 454 a v US patente č. 3 936 537. Výhodné sú aniónové syntetické povrchovo aktívne látky.

Aj kationové povrchovo aktívne látky môžu byť použité v týchto detergentných kompozíciách. Kompletný popis kationových povrchovo aktívnych látok je v US patente č. 4 228 044.

Ostatné detergentné zložky, ktoré sú v detergentnej kompozícii podľa vynálezu predstavujú detergentné plnivá, chelátotvorné činidlá, bieliace prostriedky, prostriedky proti strate lesku, antikorozívne prostriedky a farbivá ako aj iné voliteľné zložky, ktoré sú uvedené v US patente č.

3 936 537. Chelátotvorné činidlá sú popísané v US patente č. 4 663 071. Aj modifikátory peny spolu s voliteľnými zložkami sú popísané v US patente č. 3 923 672. Detergentné plnidlá sú uvedené v US patente č. 3 936 537 a v US patente č. 4 663 071. Tieto plnidlá predstavujú napr. fosfáty, hlinitokremičitany, kremičitany, uhličitan, C_{10-18} alkylmonokarboxyláty, polykarboxyláty, polyfosfonáty a ich zmesi.

Pokiaľ nie je inak uvedené, všetky časti, percentá a pomery sú uvedené ako hmotnostné.

Príklady uskutočnenia vynálezu

Príklad I

Alkylsulfátová častica sa pripraví z nasledovného zloženia zmesi:

	hmot. %
/C ₁₄₋₁₅ / alkylsulfát sodný	72,8
lineárny /C ₁₂₋₁₃ / alkylbenzénsulfonát sodný	10,6
voda	2,0
síran sodný	1,6
polyetylén glykol /molekulovej hmotnosti 8 000/	8,3

	hmot. %
glutamát sodný alebo dvojsodný	2,1
ostatné látky	2,6

Detergentná kompozícia sa pripraví rozprašovacím spôsobom sušenia vodného kalu nasledujúceho zloženia:

	hmot. %	
	<u>produkt A produkt B</u>	
	<u>/kontrolný/ /skúšobný/</u>	
lineárny /C ₁₂₋₁₃ / alkylbenzénsulfonát sodný	14,88	15,39
C ₁₄₋₁₅ alkylsulfát sodný	6,38	0,00
uhličitan sodný	10,96	12,02
polyakrylát sodný /s molekulovou hmotnosťou 4 500/	3,51	3,85
hlinitokremičitan sodný	29,48	32,34
kremičitan sodný /1,6 SiO ₂ :Na ₂ O/	2,41	2,64
florescenčné biele činidlo	0,30	0,32
síran sodný	21,58	22,79
polyetylén glykol /s molekulovou hmotnosťou 8 000/	1,62	0,99
dearant	0,11	0,12
vlhkosť	8,77	9,54

Dow Corning DC-544

Rozprašovací spôsob sušenia bol uskutočnený v protiprúdovej rozprašovacej sušiarňi s priemerom 3,048 m s jednou tryskou pri výkone 335,8 kg/hod., pri teplote privádzaného vzduchu 199°C, pričom výstupná teplota bola 93°C.

Finálna detergentná kompozícia podľa vynálezu sa pripraví znížením nasledujúcich zložiek:

granule priravené rozprašovacím spôsobom sušenia	91,24	83,16
kyselina citrónová	5,5	5,5
parfum	0,30	0,34
proteáza/amyláza	0,9	0,9
síran amónny	2	2
alkylsulfátové častice	0	8,01
potlačovač peny	0,06	0,06

Alcalasa/Rapidas /novo/

Produkt A predstavuje kontrolnú detergentnú kompozíciu, ktorá sa pripravila vyššie popísaným postupom. Produkt B sa pripravil podobným spôsobom s tým rozdielom, že na jeho prípravu sa použili alkylsulfátové častice. Chemicky sa zhoduje s kontrolnou kompozíciou.

Výsledky

Zákazníci porovnávali práce prostriedky, ktoré boli popísané vo svojich domácich pračkách v priebehu dvoch týždňov. Výsledky boli rovnaké.

Zhrnutie

Zmes alkylsulfátových častíc a granúl, ktoré boli pripravené rozprašovacím spôsobom sušenia umožňujú výrobu pracích detergentov, ktoré sú chemicky ekvivalentné bežným detergentným kompozíciám a v žiadnom prípade nemajú vplyv na zákazníka. Zmiešaním sa dosiahne vyššia kapacita a zníženie organických emisií zo zariadenia pre sušenie rozprašovaním.

Príklad II

Alkylsulfátové častice popísané v príklade I môžu sa použiť pre nasledujúcu detergentnú kompozíciu

	hmot. %	
	produkt C	produkt D
	/kontrolný/	/skúšobný/
lineárny C_{12-13} alkylbenzénsulfonát sodný	9,70	8,29
/C ₁₄₋₁₅ / alkylsulfát sodný	9,70	0,00
uhličitan sodný	10	10
polyakrylát sodný /s molekulovou hmotnosťou 4 500/	3,2	3,2
hlinitokremičitan sodný	26,9	26,9
kremičitan sodný /1,6 SiO ₂ :Na ₂ O/	2,2	2,2
florescenčné bieliace činidlo	0,27	0,27
síran sodný	19,69	18,82
polyetylén glykol /s molekulovou hmotnosťou 8 000/	1,48	0,37
Dearant	0,1	0,1
vlhkosť	8	7,73

	hmot. %	
	produkt C	produkt D
	/kontrolný/	/skúšobný/
prímesi:		
kyselina citrónová	5,5	5,5
parfum	0,30	0,34
proteáza/amyláza	0,9	0,9
síran amónny	2	2
alkylsulfátové častice	0	13,32
potlačovač peny	0,06	0,06
Dow Corning DC-544		
Alcalasa/Rapidasa /Novo/		

Tieto zloženia sú opäť vzájomne ekvivalentné. Kontrolný produkt C je zhodný s kontrolným produktom A v príklade I, s výnimkou pomeru povrchovo aktívnych látok, pretože sa pomer alkylsulfátu : k lineárnemu alkylbenzénsulfonátu zmenil z 30 : 70 na 50 : 50. Príprava produktu C rozprašovacím spôsobom sušenia nie je perspektívna z hľadiska negatívneho vplyvu na životné prostredie. Produkt D môže sa vyrábať s menším dopadom na životné prostredie ako produkt A. Produkt D vyhovuje lepšie tam, kde sa používajú alkylsulfáty ako povrchovo aktívne látky.

Príklad III

Alkylsulfátové častice, ktoré boli popísané v príklade I môžu byť použité v nasledujúcich detergentných formuláciách:

	hmot. %	
	produkt E	produkt F
	/kontrolný/	/skúšobný/
lineárny /C ₁₂₋₁₃ / alkylbenzénsulfonát sodný	19,09	17,90
/C ₁₄₋₁₅ / alkylsulfát sodný	8,18	0,00
uhličitan sodný	10	10
polyakrylát sodný /s molekulovou hmotnosťou 4 500/	3,2	3,2
hlinitokremičitan sodný	26,9	26,9
kremičitan sodný /1,6 SiO ₂ :Na ₂ O/	2,2	2,2
florescenčné bieliace činidlo	0,27	0,27

	hmot. %	
	produkt E	produkt F
	/kontrolný/	/skúšobný/
síran sodný	11,82	11,06
polyetylénglykol /s molekulovou hmotnosťou 8 000/	1,48	0,55
Dearant	0,1	0,1
vlhkosť	8	7,78
Prímesi:		
Kyselina citrónová	5,5	5,5
parfum	0,30	0,34
proteáza/amyláza	0,9	0,9
síran amónny	2	2
alkylsulfátové častice	0	11,24
potlačovač peny	0,06	0,06
Dow Corning DC-544		
Alcalasa/Rapidasa /Novo/		

Tieto zloženia sú vzájomne chemicky ekvivalentné. Kontrolný produkt E je zhodný s kontrolným produktom A, uvedeným v I príklade uskutočnenia vynálezu s tou výnimkou, že celkové množstvo povrchovo aktívnej látky /lineárneho alkylbenzénsulfonátu a alkylsulfátu je zvýšené z 19,40 % na 27,27 %. Výroba produktu E rozprašovacím spôsobom sušenia nie je perspektívna z hľadiska ochrany životného prostredia a vzhľadom k zlým fyzikálnym vlastnostiam granúl, ktoré sa týmto spôsobom pripravili /napr. hrudkovanie a spiekavanie/. Produkt F je možné pripraviť kombináciou rozprašovacieho spôsobu sušenia a primiešaním alkylsulfátových častíc. Takto pripravený produkt by mal byť výhodnejší ako produkt A vzhľadom k citlivosti pôd na povrchovo aktívne látky.

Príklad IV

Nasledujúca detergentná kompozícia sa dá pripraviť v sušiarňi spôsobom rozprašovania. Sušiareň má priemer 3,048 m.

	/kontrolná/	/skúšobná/
C ₁₂₋₁₃ alkylbenzénsulfonát sodný	11,45	11,27

	/kontrolná/	/skúšobná/
C ₁₄₋₁₅ alkylsulfát sodný	11,45	0
hlinitokremičitan sodný /hydratovaný 20 % vody/	28,90	28,90
uhličitan sodný	17,00	17,00
kremičitan sodný /1,6 SiO ₂ :Na ₂ O/	5,35	5,35
polyakrylát sodný /s molekulovou hmotnosťou 4 5000/	3,5	3,5
polyetylénglykol /s molekulovou hmotnosťou 8 000/	1,2	0
fluorescenčné bieliace činidlo	0,22	0,22
z loja odvodená masťná kyselina	1,28	1,28
voda, síran sodný	zbytok	zbytok
Výsledné hodnoty koláča		
silá, ktorá vyvolá rozdrvenie koláča pri záťaži pod 9,071 kg	0,366	0,162
voda zistená analýzou	11,4	11,1

Zlepšenie fyzikálnych vlastností /nízka hodnota koláča/ skúšobného produktu poukazuje na to, že je nutné dosiahnuť zníženie obsahu povrchovo aktívnych látok v granulách do najmensej možnej miery. Toto platí aj v tom prípade, ak látka ktorá zvyšuje krehkosť sa nepridáva ako je napr. polyetylénglykol /s molekulovou hmotnosťou 8 000/ spolu s alkylfosfátom, povrchovo aktívnou látkou, ktorá spôsobuje najväčšiu krehkosť.

Príklad V

Príprava vysoko aktívneho detergentného materiálu, ktorý je vhodný na granuláciu, ktorou sa získajú sypké častice je nasledujúci:

Reaktor s padajúcim filmom SO₃ sa použije k príprave kyslej formy C₁₄₋₁₅ alkylsulfátu. Do vysoko aktívneho neutralizačného systému sa zavedie kyselina. Neutralizačný systém pozostáva z recirkulačnej slučky, ktorá obsahuje výmeník tepla na chladenie, recirkulačné čerpadlo, vhodné pre vysoko viskózne tekutiny a výkonný strihový mixér, ktorým sa privádzajú reagujúce látky.

Za účelom dosiahnutia veľmi nízkej vlhkosti, ktorá je nevyhnutná pre voľný prietok vysoko aktívnych častíc sa neutralizačná slučka modifikuje tak, aby 70 % hydroxidu sodného bolo v roztavenom stave (normálne sa v neutralizačnej slučke používa 38 až 50 % hydroxidu v roztavenom stave). Modifikácia spočíva v použití pláštá s horúcou vodou a v elektrickom vyhrievaní systému pre prívod žieraviny, čím sa dosiahne to, že 70 % žieraviny má vyššiu teplotu ako je bod tavenia žieraviny, t.j. $68,3^{\circ}\text{C}$.

Ďalšia nevyhnutná modifikácia je v inštalovaní odmerávacieho systému, ktorý vstrekuje polyetylén glykol do neutralizačnej slučky na vypúšťacej strane výkonného strihového mixéra. Prítomnosť polyetylén glykolu uľahčuje čerpanie pasty do recirkulačnej slučky a znižuje lepkavosť pripravovaného materiálu. Polyetylén glykol s molekulovou hmotnosťou 8 000 sa pridáva v roztavenom stave ($71,1^{\circ}\text{C}$) v pomere 1 časť polyetylén glykolu 8 000 na 10 častí C_{14-15} aktívneho alkylsulfátu sodného.

Pracovný postup

Na začiatku sa neutralizačná slučka naplní vodou a systém sa udržiava pri teplote $82,2$ až 110°C použitím teplej vody vo výmenníku tepla a v potrubí s dvojitém plášťom, ktorý je súčasťou recirkulačnej slučky. Recirkulačné čerpadlo a výkonný strihový mixér sa spustia.

Do výkonného strihového mixéra sa zavedie 70 %-ný hydroxid sodný a C_{14-15} kyselina alkylsírová a nechá sa prebehnúť reakcia. Hydroxid sodný a C_{14-15} kyselina alkylsírová sú odmerané tak, že pridávaný hydroxid sodný je v miernom nadbytku. Materiál, ktorý vychádza z recirkulačnej slučky sa odoberá cez spätný redukčný ventil.

V priebehu reakcie sa zo slučky odoberá voda a koncentrácia C_{14-15} alkylsulfátu sodného sa zvýši na viac ako 70 %. Reakcia sa uskutočňuje dovtedy, pokiaľ nevznikne požadované množstvo vysoko aktívneho materiálu s nízkym obsahom vlhkosti.

Výsledky

Roztavená pasta sa ochladí a produkt sa manuálne

rozomelie na sypký materiál nasledujúceho zloženia:

C_{14-15} alkylsulfát sodný	74,9 %
polyetylén glykol 8 000	8,5 %
voda	9,1 %
hydroxid sodný	0,6 %
nezreagované a ostatné látky	6,9 %

Príklad VI

Alkylsulfátové častice sa pripravujú v nasledujúcom zložení:

	<u>nominálna hmot.%</u>
/ C_{14-15} / alkylsulfát sodný	75,0
voda	11,0
síran sodný	2,5
polyetylén glykol	7,5
ostatné látky	4,0

Detergentná kompozícia sa pripraví rozprašovacím spôsobom sušenia vodného kalu, ktorý má nasledujúce zloženie

	<u>hmot. v %</u>	
	<u>produkt A</u>	<u>produkt B</u>
	<u>/kontrolný/</u>	<u>/skúšobný/</u>
lineárny / $C_{12,3}$ / alkylbenzénsulfonát sodný	11,9	13,25
/ C_{14-15} / alkylsulfát sodný	11,02	0,00
uhličitan sodný	18,21	18,87
polyakrylát sodný /s molekulovou hmotnosťou		
4 500/	3,34	4,12
hlinitokremičitan sodný	23,39	31,40
kremičitan sodný /1,6 $SiO_2:Na_2O$ /	1,82	1,90
fluorescenčné bieliace činidlo	0,31	0,28
síran sodný	15,08	20,94
polyetylén glykol /s molekulovou hmotnosťou		
8 000/	0,94	0,32
mydlo odvodené od sodnej soli kyseliny z		
loja	1,03	1,36
vlhkosť	7,96	7,56

Rozprašovací spôsob sušenia sa uskutočňuje v rozprašovacej

sušiarňi s priemerom 3,048 m s výkonom jednej trysky 335,8 kg/hod, so vstupnou teplotou vzduchu 199⁰C a s výstupnou teplotou 93⁰C.

Finálna detergentná kompozícia sa pripraví zmiešaním nasledujúcich zložiek:

granule sušené rozprašovaním	100,00	84,37
alkylsulfátové častice	0	15,63

Produkt A predstavuje kontrolnú detergentnú kompozíciu, ktorá sa pripraví vyššie popísaným postupom. Produkt B sa pripraví podobným spôsobom s tým rozdielom, že sa nepoužijú alkylsulfátové častice. Chemicky je ekvivalentný kontrolnej kompozícii.

Zhrnutie

Zmes alkylsulfátových častíc a granúl sušených rozprašovacím spôsobom umožňuje výrobu pracích detergentov, ktoré sú chemicky ekvivalentné bežným detergentným kompozíciám. Prímesmi sa dosiahne zvýšenej kapacity výroby a zníženie organických emisií zo zariadenia pre sušenie rozprašovaním.

P A T E N T O V É N Á R O K Y

1. Spôsob prípravy granulovanej detergentnej kompozície v y z n a č u j ú c i s a t ý m, že zahrňuje
/a/ rozprašovací spôsob sušenia kaše, ktorá obsahuje na hmotnosť granúl získaných týmto spôsobom menej ako 2 % alkylsulfátu, do 40 % aniónovej povrchovo aktívnej látky inej ako je alkylsulfát, 10 až 80 %, s výhodou 2 až 40 % detergentného plnidla a 1 až 15 % rozpustného kremičitanu,
/b/ získanie alkylsulfátových častíc kontinuálnou neutralizáciou, tak že tieto častice obsahujú na hmotnosť alkylsulfátových častíc 60 až 99 % C_{12-18} alkylsulfátu etoxylovaného 0 až 4 mólmi etylénoxidu na mól alkylsulfátu a
/c/ zmiešaním granúl získaných rozprašovacím spôsobom sušenia s časticami alkylsulfátu v pomere od 10 : 90 do 99 : 1.
2. Spôsob prípravy granulovanej detergentnej kompozície podľa nároku 1, v y z n a č u j ú c i s a t ý m, že aniónová povrchovo aktívna kátka v granulách získaných rozprašovacím spôsobom sušenia je soľ C_{10-16} lineárneho alkylbenzénsulfonátu.
3. Spôsob prípravy granulovanej detergentnej kompozície podľa nároku 1 alebo 2, v y z n a č u j ú c i s a t ý m, že granule získané rozprašovacím spôsobom sušenia obsahujú 30 až 60 % detergentu vybraného zo skupiny obsahujúcej uhličitan, citrát, hlinitokremičitan alebo ich zmesi.
4. Spôsob prípravy granulovanej detergentnej kompozície podľa ktoréhokolvek z predchádzajúcich nárokov v y z n a č u j ú c i s a t ý m, že granule získané rozprašovacím spôsobom sušenia sa skladajú z 5 až 50 % hlinitokremičitanu sodného a z 5 až 60 % hmot. uhličitanu sodného a/alebo vo vode rozpustnej anorganickej soli.

5. Spôsob prípravy granulovanej detergentnej kompozície podľa ktoréhokolvek z predchádzajúcich nárokov, v y z n a č u j ú - c i s a t ý m, že kaša obsahuje 2 až 5 % rozpustného kremičitanu sodného.
6. Spôsob prípravy granulovanej detergentnej kompozície podľa ktoréhokolvek z predchádzajúcich nárokov, v y z n a č u j ú - c i s a t ý m, že kontinuálna neutralizácia sa uskutočňuje postupom, ktorý obsahuje nasledovné kroky:
/a/ reakciu v kontinuálnom neutralizačnom systéme kyseliny C_{12-18} alkylsírovej s roztokom hydroxidu sodného v množstve väčšom alebo rovnom 62 % na hmotnosť hydroxidu, pričom sa získa neutralizovaný produkt,
/b/ pridanie polyetylén glykolu s molekulovou hmotnosťou 2 000 50 000 do kontinuálneho neutralizačného systému počas tvorby neutralizovaného produktu, ďalej pridanie etoxylovanej neiónovej povrchovo aktívnej látky vzorca $R/OC_2H_4/nOH$, kde n znamená C_{12-18} alkylovú alebo C_{8-16} alkylfenolovú skupinu a n je 9 až 80, s bodom topenia vyšším alebo rovnajúcim sa $48^{\circ}C$, alebo ich zmesi, pričom hmotnostný pomer aditívy z kroku /b/ k produktu z kroku /a/ je od 1 : 5 do 1 : 20.
7. Spôsob prípravy granulovanej detergentnej kompozície podľa ktoréhokolvek z predchádzajúcich nárokov, v y z n a - č u j ú c i s a t ý m, že do kontinuálneho neutralizačného systému sa pridá aj C_{10-16} lineárna alkylbenzénsulfónová kyselina v takom množstve, aby alkylsulfátové častice obsahovali 4 až 25 % C_{10-16} lineárneho alkylbenzénsulfonátu.
8. Spôsob prípravy granulovanej detergentnej kompozície podľa ktoréhokolvek z predchádzajúcich nárokov, v y z n a č u j ú - c i s a t ý m, že materiály detergentnej kompozície nie sú miešané v kontinuálnom neutralizačnom systéme a že kontinuálny neutralizačný systém neobsahuje žiadne prídavné hrubé materiály a nemá vzduchotesné miešadlo.

9. Spôsob prípravy granulovanej detergentnej kompozície podľa ktoréhokolvek z predchádzajúcich nárokov, v y z n a č u j ú - c i s a t ý m, že sa do neutralizačného systému neprivádzajú žiadne detergentné plnidlá alebo organické materiály.
10. Spôsob prípravy granulovanej detergentnej kompozície podľa ktoréhokolvek z predchádzajúcich nárokov, v y z n a č u j ú - c i s a t ý m, že neutralizovaný produkt obsahuje do 12 % vody a kontinuálny neutralizačný systém je tvorený kontinuálnou neutralizačnou slučkou, pričom aditívum z kroku /b/ je polyetylén glykol molekulovej hmotnosti 3 000 až 20 000 a hmotnostný pomer aditíva z kroku /b/ k produktu z kroku /a/ je 1 : 10.
11. Spôsob prípravy granulovanej detergentnej kompozície podľa ktoréhokolvek z predchádzajúcich nárokov, v y z n a č u j ú - c i s a t ý m, že aditívum z kroku /b/ je roztavený polyetylén glykol molekulovej hmotnosti 8 000.
12. Spôsob prípravy granulovanej detergentnej kompozície podľa ktoréhokolvek z predchádzajúcich nárokov, v y z n a č u j ú - c i s a t ý m, že R je C_{12-18} alkylová skupina a n znamená 12 až 30.
13. Spôsob prípravy granulovanej detergentnej kompozície podľa ktoréhokolvek z predchádzajúcich nárokov, v y z n a č u j ú - c i s a t ý m, kontinuálna neutralizácia sa uskutočňuje postupom, ktorý zahŕňa nasledovné kroky:
- /a/ reakciu, v kontinuálnej reakčnej slučke kyslej formy alkylsulfátu s 30 až 75 % hmot. s roztokom hydroxidu sodného, ktorý sa použije v stechiometrickom množstve, prípadne v miernom stechiometrickom prebytku, pričom sa získa neutralizovaný produkt
 - /b/ behom tvorenia neutralizovaného produktu do kontinuálnej neutralizačnej slučky sa pridá kyselina -amino dikarboxylová, ktorou môže byť kyselina glutámová, kyselina aspartová, kyselina aminomalónová, kyselina

aminoadipová, kyselina 2-amino-2-metyl-pentadiónová, alebo ich soli s alkalickými kovmi tak, že častice, ktoré vznikli z produktu v kroku /b/ obsahujú 0,2 až 15 % hmot. kyslej soli -aminodikarboxylovej kyseliny

14. Spôsob prípravy granulovanej detergentnej kompozície podľa ktoréhokoľvek z predchádzajúcich nárokov v y z n a - č u j ú c i s a t ý m, že do neutralizačnej slučky sa pridá soľ alkalického kovu kyseliny glutámovej alebo kyseliny aspartovej a roztok hydroxidu alkalického kovu obsahuje 62 až 73 % hmot. hydroxidu.
15. Spôsob prípravy granulovanej detergentnej kompozície podľa ktoréhokoľvek z predchádzajúcich nárokov v y z n a č u j ú c i s a t ý m, že do neutralizačnej slučky sa pridá 1 až 10 % hmot. mono- alebo dvojsodného glutamátu a roztok hydroxidu alkalického kovu je hydroxid sodný.
16. Spôsob prípravy granulovanej detergentnej kompozície podľa ktoréhokoľvek z predchádzajúcich nárokov v y z n a č u j ú c i s a t ý m, že behom tvorby neutralizovaného produktu sa do neutralizačnej slučky pridá polyetylén glykol s molekulovou hmotnosťou 2 000 až 50 000, etoxylovaná neiónová povrchovo aktívna látka vzorca $R/OC_2H_4/nOH$, kde R predstavuje C_{12-18} alkylovú skupinu alebo C_{8-16} alkylfenolovú skupinu a n je 9 až 80, s bodom topenia vyšším alebo rovným $48,9^{\circ}C$ alebo ich zmes v hmotnostnom pomere 1 : 5 až 1 : 20 so zložkami z kroku /a/.
17. Spôsob prípravy granulovanej detergentnej kompozície podľa ktoréhokoľvek z predchádzajúcich nárokov v y z n a č u j ú c i s a t ý m, že polyetylén glykol má molekulovú hmotnosť 8 000 a jeho hmotnostný pomer k zložkám z kroku /a/ je 1 : 10.
18. Spôsob prípravy granulovanej detergentnej kompozície podľa ktoréhokoľvek z predchádzajúcich nárokov v y z n a č u j ú c i s a t ý m, že do neutralizačnej slučky sa pridá soľ alkalického kovu kyseliny glutámovej alebo kyseliny aspartovej a roztok hydroxidu alkalického kovu obsahuje 62 až 73 % hmot. hydroxidu.

c i s a t ý m, že ďalej zahrňuje súčasné ochladzovanie a extrudovanie roztaveného neutralizovaného produktu a jeho krájanie alebo mletie na detergentné častice.

- 19. Spôsob prípravy granulovanej detergentnej kompozície podľa ktoréhokoľvek z predchádzajúcich nárokov v y z n a č u j ú - c i s a t ý m, že ďalej zahrňuje ochladenie produktu z kroku /b/ na ochladzovacom valci až do ztuhnutia, vložkovanie tohto produktu na detergentné vločky, sušenie pod 5 %-ný obsah vlhkosti a mechanické mletie na detergentné častice.*
- 20. Spôsob prípravy granulovanej detergentnej kompozície podľa ktoréhokoľvek z predchádzajúcich nárokov v y z n a č u j ú - c i s a t ý m, že alkylsulfátové častice obsahujú 70 až 90 % C_{14-16} alkylsulfátu sodného.*
- 21. Spôsob prípravy granulovanej detergentnej kompozície podľa ktoréhokoľvek z predchádzajúcich nárokov v y z n a č u j ú - c i s a t ý m, že obsah fosforu v granulovanej detergentnej kompozícii je menej ako 2,0 %.*
- 22. Spôsob prípravy granulovanej detergentnej kompozície podľa ktoréhokoľvek z predchádzajúcich nárokov v y z n a č u j ú - c i s a t ý m, že sa k alkylsulfátovým časticiam a k granuliam pripravenými rozprašovacím spôsobom sušenia pridá 3 až 10 % vzhľadom na hmotnosť pripravovanej kompozície kyseliny citrónovej a účinné množstvo parfumy a enzýmov, pričom pomer alkylsulfátových častíc ku granuliam, ktoré boli pripravené rozprašovacím spôsobom sušenia je 30 : 70 až 10 : 90.*