



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11) **EP 0 966 515 B1**

(12) **EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT**

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des
Hinweises auf die Patenterteilung:
24.10.2001 Patentblatt 2001/43

(21) Anmeldenummer: **98913552.0**

(22) Anmeldetag: **17.02.1998**

(51) Int Cl.7: **C11D 11/00, C11D 17/06**

(86) Internationale Anmeldenummer:
PCT/EP98/00891

(87) Internationale Veröffentlichungsnummer:
WO 98/38278 (03.09.1998 Gazette 1998/35)

(54) **VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON WASCHMITTELROHSTOFFEN**

PROCESS FOR PREPARING RAW MATERIALS FOR WASHING AGENTS

PROCEDE DE PREPARATION DE MATIERES PREMIERES DETERGENTES

(84) Benannte Vertragsstaaten:
**AT BE CH DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU MC
NL PT SE**

(30) Priorität: **26.02.1997 DE 19707649**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
29.12.1999 Patentblatt 1999/52

(73) Patentinhaber: **Cognis Deutschland GmbH
40589 Düsseldorf (DE)**

(72) Erfinder:
• **LÜDER, Thomas
D-40764 Langenfeld (DE)**
• **SCHOLINAKIS, Konstantinos
D-40789 Monheim (DE)**

- **GUTSCHE, Bernhard
D-40724 Hilden (DE)**
- **BREUCKER, Christoph
D-42781 Haan (DE)**
- **WREDE, Norbert
D-40569 Düsseldorf (DE)**

(56) Entgegenhaltungen:
EP-A- 0 384 480 EP-A- 0 572 957
WO-A-96/06916 DE-A- 19 520 105

- **DATABASE WPI Section Ch, Week 9636 Derwent
Publications Ltd., London, GB; Class D25, AN
96-358656 XP002058428 & JP 08 170 093 A (LION
CORP)**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist. (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

EP 0 966 515 B1

Beschreibung

Gebiet der Erfindung

5 **[0001]** Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Kontakttrocknung von wäßrigen Tensidpasten in einem horizontalen Dünnschichtverdampfer bzw. -trockner.

Stand der Technik

10 **[0002]** Anionische und amphotere bzw. zwitterionische Tenside stellen wichtige Bestandteile von festen Waschmitteln und Stückseifen dar. Üblicherweise geht man zur Herstellung der Waschmittel so vor, daß eine wäßrige, in der Regel hochalkalische Aufschlämmung der Inhaltsstoffe ("Slurry") versprüht und dabei im Gegenstrom mit heißen Inertgasen getrocknet wird. Nachdem mit dieser konventionellen Sprühtrocknung jedoch eine hohe Beiaustung der Abluft mit organischer Fracht verbunden ist, besteht ein Bedarf nach alternativen Trocknungsverfahren, die aus ökologischer

15 Sicht vorteilhafter sind. Hierzu zählt insbesondere die Kontakttrocknung von wäßrigen Tensidpasten in Dünnschicht-trocknern, die zu trockenen Produkten führt, die dann beispielsweise in Mischern mit den weiteren ebenfalls getrockneten Waschmittelinhaltsstoffen zum Endprodukt verarbeitet werden können.

[0003] Aus der europäischen Patentanmeldung **EP-A1 0 572 957** (Kao) ist ein Verfahren zur Trocknung von Alkyl- bzw. Alkylethersulfaten bekannt, bei dem man verdünnte Tensidpasten zunächst bis auf 60 bis 80 Gew.-% Aktivsubstanz aufkonzentriert und diese dann anschließend in einem vertikalen Dünnschichtverdampfer im Vakuum bei Temperaturen im Bereich von 50 bis 140°C trocknet. Ein wesentlicher Nachteil dieses Verfahrens besteht indes darin, daß das Arbeiten unter vermindertem Druck eine technisch aufwendige, vakuumgeeignete Ausschleusung des Fertigproduktes erfordert. Durch den ständigen Kontakt mit dem heißen Produkt besteht die Gefahr, daß es zu Anbackungen und damit zu Funktionsstörungen kommt, die dann für die Reinigung eine komplette Betriebsunterbrechung erforderlich machen. Ein weiterer entscheidender Nachteil besteht ferner darin, daß der Einsatz eines vertikalen Dünnschichtverdampfers mit Wandkontakt der Rotorblätter im Dauerbetrieb die Aufrechterhaltung eines fließfähigen Produktfilmes über die gesamte Apparatelänge auf der Wand erfordert, um eine mechanische Überlastung der Anlage zu vermeiden. Damit ist das Verfahren nicht zur Direktherstellung eines Pulvers, sondern nur zur Herstellung einer konzentrierten heißen Schmelze geeignet, die separat kristallisiert (z.B. in einer Schuppenwalze oder einer) und anschließend zerkleinert werden muß.

25 30

[0004] Demgegenüber wird in der internationalen Patentanmeldung WO 96/06916 (Unilever) ein Verfahren zur Trocknung von wäßrigen Aniontensidpasten in einem horizontalen Dünnschichtverdampfer vorgeschlagen, das bei leichtem Vakuum bis fast Normaldruck und Temperaturen oberhalb von 130°C arbeitet. Ein weiteres Merkmal dieses Verfahrens ist der Einsatz einer sehr hohen Umfangsgeschwindigkeit der eingesetzten Rührorgane von mindestens 15 m/s, was einen direkten Wandkontakt praktisch ausschließt und zu farblich einwandfreien Produkten führt. Bei der Trocknung von wäßrigen Aniontensidpasten, insbesondere wäßrigen Pasten von Alkylsulfaten oder Alkylethersulfaten, besteht jedoch grundsätzlich die Gefahr unerwünschter Hydrolyse im Produkt. Schon kurzfristiges, punktuell Absinken des pH-Wertes führt in Gegenwart von Wasser zur Rückspaltung, zur Bildung anorganischen Sulfats und zum Rückgang des Gehaltes an waschaktiver Substanz. Bei der Nacharbeitung der Lehre der WO 96/06916 hat die Anmelderin gefunden, daß sich über einen Zeitraum von mehreren Betriebsstunden ein hydrolysefreies Produkt nicht reproduzierbar herstellen läßt.

35 40

[0005] Die komplexe Aufgabe der Erfindung hat damit darin bestanden, ein Verfahren zur Kontakttrocknung von wäßrigen Aniontensid- und/oder Amphotensidpasten zur Verfügung zu stellen, das die oben geschilderten Nachteile nicht aufweist und insbesondere bei minimalen technischen Aufwand unter Produktionsbedingungen zu farblich einwandfreien, hydrolysefreien, rieselfähigen Granulaten mit hohen Schüttgewichten und einheitlicher Korngrößenverteilung führt.

45

Beschreibung der Erfindung

50 **[0006]** Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung von festen Waschmittelrohstoffen durch gleichzeitige Trocknung und Granulierung von wäßrigen Pasten von anionischen und/oder amphoteren Tensiden in einem horizontalen Dünnschichtverdampfer- bzw. -trockner mit rotierenden Einbauten, das sich dadurch auszeichnet, daß man die Trocknung bei einer Temperatur im Bereich von 120 bis 130°C durchführt.

[0007] Überraschenderweise wurde gefunden, daß sich farblich einwandfreie, rieselfähig Granulate auch gerade dann erhalten lassen, wenn man die Trockentemperatur in dem angegebenen Bereich hält. Schon geringes Abweichen nach oben führt zu einem unerwünschten Anstieg des Gehaltes an anorganischem Sulfat, geringfügiges Abweichen nach unten zu Produkten, die keine ausreichende Rieselfähigkeit mehr besitzen. Die Erfindung schließt die Erkenntnis ein, daß die Hydrolysetendenz weiter zurückgedrängt werden kann, wenn man die Kontakttrocknung in Gegenwart

von (a) 0,05 bis 0,5 Gew.-% Alkalicarbonat und/oder (b) eines alkalisch eingestellten Gasstromes durchführt. Die Wasserentfernung erfolgt dabei vorzugsweise durch einen Gasstrom und nicht durch Anlegen eines Vakuums. Ein weiterer Vorteil des Verfahrens besteht darin, daß Produkte mit hohem Schüttgewicht (oberhalb von 600 g/l) erhalten werden, die unabhängig von der eingesetzten Tensidpaste eine sehr einheitliche Korngrößenverteilung aufweisen.

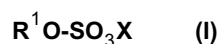
Tenside

[0008] Typische Beispiele für **anionische Tenside**, die im Sinne des erfindungsgemäßen Verfahrens getrocknet werden können, sind Seifen, Alkylbenzolsulfonate, Alkansulfonate, Olefinsulfonate, Alkylethersulfonate, Glycerinethersulfonate, α -Methylestersulfonate, Sulfosäuren, Alkylsulfate, Fettalkoholethersulfate, Glycerinethersulfate, Hydroxymischethersulfate, Monoglycerid(ether)sulfate, Fettsäureamid(ether)sulfate, Mono- und Dialkylsulfosuccinate, Mono- und Dialkylsulfosuccinamate, Sulfotriglyceride, Amidseifen, Ethercarbonsäuren und deren Salze, Fettsäureisethionate, Fettsäuresarcosinate, Fettsäuretauride, N-Acylaminosäuren wie beispielsweise Acyllactylate, Acyltartrate, Acylglutamate und Acylaspartate, Alkyloligoglucosidsulfate, Proteinfettsäurekondensate (insbesondere pflanzliche Produkte auf Weizenbasis), Alkyl(ether)phosphate sowie Sulfate von Ringöffnungsprodukten von Olefinepoxiden mit Wasser oder Alkoholen. Sofern die anionischen Tenside Polyglycoletherketten enthalten, können diese eine konventionelle, vorzugsweise jedoch eine eingeeengte Homologenverteilung aufweisen. Typische Beispiele für **amphotere bzw. zwitterionische Tenside** sind Alkylbetaine, Alkylamidobetaine, Aminopropionate, Aminoglycinate, Imidazoliniumbetaine und Sulfobetaine. Bei den genannten Tensiden handelt es sich ausschließlich um bekannte Verbindungen. Hinsichtlich Struktur und Herstellung dieser Stoffe sei auf einschlägige Übersichtsarbeiten beispielsweise **J.Falbe (ed.), "Surfactants in Consumer Products", Springer Verlag, Berlin, 1987, S. 54-124 oder J.Falbe (ed.), "Katalysatoren, Tenside und Mineralöladditive", Thieme Verlag, Stuttgart, 1978, S. 123-217** verwiesen.

[0009] Unter dem Begriff wäßrige Pasten sind in diesem Zusammenhang wäßrige Zubereitungen der Tenside zu verstehen, die einen Aktivsubstanzgehalt im Bereich von 5 bis 80, vorzugsweise 10 bis 70 Gew.-% aufweisen. Aus energetischen und rheologischen Gründen ist es vorteilhaft, Pasten einzusetzen, die einen Feststoffgehalt von mindestens 30, besser 50, und maximal 70 Gew.-% besitzen. Die Aniontenside werden in Form ihrer Alkali-, Erdalkali-, Ammonium-, Alkylammonium-, Alkanolammonium-, Glucammoniumsalzen eingesetzt. In weiteren bevorzugten Ausführungsformen des Verfahrens werden Alkyl- und/oder Alkenyl(ether)sulfate, Sulfosuccinate und/oder Betaine getrocknet und zu hellfarbigen, rieselfähigen Granulaten verarbeitet.

Alkyl- und/oder Alkenylsulfate

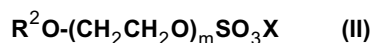
[0010] Unter Alkyl- und/oder Alkenylsulfaten, die auch häufig als Fettalkoholsulfate bezeichnet werden, sind die Sulfatierungsprodukte primärer Alkohole zu verstehen, die vorzugsweise der Formel (I) folgen,



in der R^1 für einen linearen oder verzweigten, aliphatischen Alkyl- und/oder Alkenylrest mit 6 bis 22, vorzugsweise 12 bis 18 Kohlenstoffatomen und X für ein Alkali- und/oder Erdalkalimetall, Ammonium, Alkylammonium, Alkanolammonium oder Glucammonium steht. Typische Beispiele für Alkylsulfate, die im Sinne der Erfindung Anwendung finden können, sind die Sulfatierungsprodukte von Capronalkohol, Caprylalkohol, Caprinalkohol, 2-Ethylhexylalkohol, Laurylalkohol, Myristylalkohol, Cetylalkohol, Palmoleylalkohol, Stearylalkohol, Isostearylalkohol, Oleylalkohol, Elaidylalkohol, Petroselinylalkohol, Arachylalkohol, Gadoleylalkohol, Behenylalkohol und Erucylalkohol sowie deren technischen Gemischen, die durch Hochdruckhydrierung technischer Methylesterfraktionen oder Aldehyden aus der Roelen'schen Oxosynthese erhalten werden. Weiterhin können auch Guerbetalkohole mit 16 bis 32 Kohlenstoffatomen als Rohstoffe dienen. Die Sulfatierungsprodukte können vorzugsweise in Form ihrer Alkalisalze, und insbesondere ihrer Natriumsalze eingesetzt werden. Besonders bevorzugt sind Alkylsulfate auf Basis von $C_{16/18}$ -Talgfettalkoholen bzw. pflanzlicher Fettalkohole vergleichbarer C-Kettenverteilung in Form ihrer Natriumsalze.

Alkyl- und/oder Alkenylethersulfate

[0011] Alkyl- und/oder Alkenylethersulfate ("Ethersulfate") stellen bekannte anionische Tenside dar, die großtechnisch durch SO_3 - oder Chlorsulfonsäure (CSA)-Sulfatierung von Oxoalkohol- bzw. Fettalkoholpolyglycolem und nachfolgende Neutralisation hergestellt werden. Im Sinne der Erfindung kommen Ethersulfate in Betracht, die der Formel (II) folgen,



in der R^2 für einen linearen oder verzweigten Alkyl- und/oder Alkenylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen, m für Zahlen von 1 bis 10 und X für ein Alkali- und/oder Erdalkalimetall, Ammonium, Alkylammonium, Alkanolammonium oder Glucammonium steht. Typische Beispiele sind die Sulfate von Anlagerungsprodukten von durchschnittlich 1 bis 10 und insbesondere 2 bis 5 Mol Ethylenoxid an Capronalkohol, Caprylalkohol, 2-Ethylhexylalkohol, Caprinalalkohol, Laurylalkohol, Isotridecylalkohol, Myristylalkohol, Cetylalkohol, Palmoleylalkohol, Stearylalkohol, Isostearylalkohol, Oleylalkohol, Elaidylalkohol, Petroselinylalkohol, Arachylalkohol, Gadoleylalkohol, Behenylalkohol, Erucylalkohol und Brassidylalkohol sowie deren technische Mischungen, in Form ihrer Natrium- und/oder Magnesiumsalze. Weiterhin können auch Anlagerungsprodukte von Ethylenoxid an Guerbetalkohole mit 16 bis 32 Kohlenstoffatomen als Rohstoffe eingesetzt werden. Die Ethersulfate können dabei sowohl eine konventionelle als auch eine eingeeengte Homologenverteilung aufweisen. Besonders bevorzugt ist der Einsatz von Ethersulfaten auf Basis von Addukten von durchschnittlich 2 bis 3 Mol Ethylenoxid an technische $C_{12/14}$ - bzw. $G_{12/18}$ - Kokosfettalkoholfractionen in Form ihrer Natrium- und/oder Magnesiumsalze.

Sulfosuccinate

[0012] Sulfosuccinate, die auch als Sulfobernsteinsäureester bezeichnet werden, stellen bekannte anionische Tenside dar, die nach den einschlägigen Methoden der präparativen organischen Chemie erhalten werden können. Sie folgen der Formel (III),



in der R^3 für einen Alkyl- und/oder Alkenylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen, R^4 für R^3 oder X , p und q unabhängig voneinander für 0 oder Zahlen von 1 bis 10 und X für ein Alkali- oder Erdalkalimetall, Ammonium, Alkylammonium, Alkanolammonium oder Glucammonium steht. Zu ihrer Herstellung geht man üblicherweise von Maleinsäure, vorzugsweise aber Maleinsäureanhydrid aus, die im ersten Schritt mit gegebenenfalls ethoxylierten primären Alkoholen verestert werden. An dieser Stelle kann durch Variation von Alkoholmenge und Temperatur das Mono-/Diester-Verhältnis eingestellt werden. Im zweiten Schritt erfolgt die Anlagerung von Bisulfit, die üblicherweise im Lösungsmittel Methanol durchgeführt wird. Neuere Übersichten zu Herstellung und Verwendung von Sulfosuccinaten sind beispielsweise von T. Schoenberg in **Cosm. Toil.** **104, 105 (1989)**, J.A. Milne in **R. Soc. Chem. (Ind. Appl. Surf. II)** **77, 77 (1990)** sowie W. Hreczuch et al. in **J. Am. Oil. Chem. Soc.** **70, 707 (1993)** erschienen. Typische Beispiele sind Sulfobernsteinsäuremono- und/oder -diester in Form ihrer Natriumsalze, die sich von Fettalkoholen mit 8 bis 18, vorzugsweise 8 bis 10 bzw. 12 bis 14 Kohlenstoffatomen ableiten; die Fettalkohole können dabei mit durchschnittlich 1 bis 10 und vorzugsweise 1 bis 5 Mol Ethylenoxid verethert sein und dabei sowohl eine konventionelle als auch vorzugsweise eine eingeeengte Homologenverteilung aufweisen. Exemplarisch genannt seien Di-n-octylsulfosuccinat und Monolauryl-3EO-sulfosuccinat in Form ihrer Natriumsalze.

Betaine

[0013] Betaine stellen bekannte Tenside dar, die überwiegend durch Carboxyalkylierung, vorzugsweise Carboxymethylierung von aminischen Verbindungen hergestellt werden. Vorzugsweise werden die Ausgangsstoffe mit Halogencarbonsäuren oder deren Salzen, insbesondere mit Natriumchloracetat kondensiert, wobei pro Mol Betain ein Mol Salz gebildet wird. Ferner ist auch die Anlagerung von ungesättigten Carbonsäuren wie beispielsweise Acrylsäure möglich. Zur Nomenklatur und insbesondere zur Unterscheidung zwischen Betainen und "echten" Amphotensiden sei auf den Beitrag von U. Ploog in **Seifen-Öle-Fette-Wachse**, **198, 373 (1982)** verwiesen. Weitere Übersichten zu diesem Thema finden sich beispielsweise von A. O'Lennick et al. in **HAPPI**, **Nov. 70 (1986)**, S. Holzman et al. in **Tens. Det.** **23, 309 (1986)**, R. Bibo et al. in **Soap Cosm. Chem. Spec. Apr.** **46 (1990)** und P. Ellis et al. in **Euro Cosm.** **1, 14 (1994)**. Beispiele für geeignete Betaine stellen die Carboxyalkylierungsprodukte von sekundären und insbesondere tertiären Aminen dar, die der Formel (IV) folgen,



in der R^5 für Alkyl- und/oder Alkenylreste mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen, R^6 für Wasserstoff oder Alkylreste mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, R^7 für Alkylreste mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, x für Zahlen von 1 bis 6 und Y für ein Alkali- und/oder Erdalkalimetall oder Ammonium steht, Typische Beispiele sind die Carboxymethylierungsprodukte von Hexylmethylamin, Hexyldimethylamin, Octyldimethylamin, Decyldimethylamin, Dodecylmethylamin, Dodecyldimethylamin, Dodecylethylmethylamin, $C_{12/14}$ -Kokosalkyldimethylamin, Myristyldimethylamin, Cetyldimethylamin, Stearyldimethylamin, Stearylethylmethylamin, Oleyldimethylamin, $C_{16/18}$ -Talgalkyldimethylamin, Guerbetamine sowie deren technische Gemische.

[0014] Weiterhin kommen auch Carboxyalkylierungsprodukte von **Amidoaminen** in Betracht, die der Formel (V) folgen,



in der $R^8 CO$ für einen aliphatischen Acylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen und 0 oder 1 bis 3 Doppelbindungen, y für Zahlen von 1 bis 3 steht und R^6 , R^7 , x und Y die oben angegebenen Bedeutungen haben. Typische Beispiele sind Umsetzungsprodukte von Fettsäuren mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen, namentlich Capronsäure, Caprylsäure, Caprinsäure, Laurinsäure, Myristinsäure, Palmitinsäure, Palmoleinsäure, Stearinsäure, Isostearinsäure, Ölsäure, Elaidinsäure, Petroselinäure, Linolsäure, Linolensäure, Elaeostearinsäure, Arachinsäure, Gadoleinsäure, Behensäure, Eruksäure, Guerbettsäuren sowie deren technische Gemische, mit N,N-Dimethylaminoethylamin, N,N-Dimethylaminopropylamin, N,N-Diethylaminoethylamin und N,N-Diethylaminopropylamin, die mit Natriumchloracetat kondensiert werden. Bevorzugt ist der Einsatz eines Kondensationsproduktes von $C_{8/18}$ -Kokosfettsäure-N,N-dimethylaminopropylamid mit Natriumchloracetat.

[0015] Weiterhin kommen als geeignete Ausgangsstoffe für die im Sinne der Erfindung einzusetzenden Betaine auch **Imidazoline** in Betracht. Auch bei diesen Substanzen handelt es sich um bekannte Stoffe, die beispielsweise durch cyclisierende Kondensation von 1 oder 2 Mol Fettsäure mit mehrwertigen Aminen wie beispielsweise Aminoethylethanolamin (AEEA) oder Diethylentriamin erhalten werden können. Die entsprechenden Carboxyalkylierungsprodukte stellen Gemische unterschiedlicher offenkettiger Betaine dar. Typische Beispiele sind Kondensationsprodukte der oben genannten Fettsäuren mit AEEA, vorzugsweise Imidazoline auf Basis von Laurinsäure oder wiederum $C_{12/14}$ -Kokosfettsäure, die anschließend mit Natriumchloracetat betainisiert werden.

Alkyl- und/oder Alkenyloglykoside

[0016] In einer besonderen Ausführungsform der Erfindung werden die anionischen bzw. amphoteren Tensiden gemeinsam mit nichtionischen Tensiden vom Typ der Alkyl- und/oder Alkenyloglykosiden getrocknet, die der Formel (VI) folgen,



in der R^9 für einen Alkyl- und/oder Alkenylrest mit 4 bis 22 Kohlenstoffatomen, G für einen Zuckerrest mit 5 oder 6 Kohlenstoffatomen und p für Zahlen von 1 bis 10 steht. Sie können nach den einschlägigen Verfahren der präparativen organischen Chemie, beispielsweise durch sauer katalysierte Acetalisierung von Glucose mit Fettalkoholen erhalten werden. Die Alkyl- und/oder Alkenyloglykoside können sich von Aldosen bzw. Ketosen mit 5 oder 6 Kohlenstoffatomen, vorzugsweise der Glucose ableiten. Die bevorzugten Alkyl- und/oder Alkenyloglykoside sind somit Alkyl- und/oder Alkenyloglycoside. Die Indexzahl p in der allgemeinen Formel (VI) gibt den Oligomerisierungsgrad (DP),

d. h. die Verteilung von Mono- und Oligoglykosiden an und steht für eine Zahl zwischen 1 und 10. Während p in einer gegebenen Verbindung stets ganzzahlig sein muß und hier vor allem die Werte $p = 1$ bis 6 annehmen kann, ist der Wert p für ein bestimmtes Alkyloligoglykosid eine analytisch ermittelte rechnerische Größe, die meistens eine gebrochene Zahl darstellt, Vorzugsweise werden Alkyl- und/ oder Alkenyloligoglykoside mit einem mittleren Oligomerisierungsgrad p von 1,1 bis 3,0 eingesetzt. Aus anwendungstechnischer Sicht sind solche Alkyl- und/oder Alkenyloligoglykoside bevorzugt, deren Oligomerisierungsgrad kleiner als 1,7 ist und insbesondere zwischen 1,2 und 1,4 liegt.

[0017] Der Alkyl- bzw. Alkenylrest R^9 kann sich von primären Alkoholen mit 4 bis 11, vorzugsweise 8 bis 10 Kohlenstoffatomen ableiten. Typische Beispiele sind Butanol, Capronalkohol, Caprylalkohol, Caprinalkohol und Undecylalkohol sowie deren technische Mischungen, wie sie beispielsweise bei der Hydrierung von technischen Fettsäuremethylestern oder im Verlauf der Hydrierung von Aldehyden aus der Roelen'schen Oxosynthese erhalten werden. Bevorzugt sind Alkyloligoglucoside der Kettenlänge C_8 - C_{10} ($DP = 1$ bis 3), die als Vorlauf bei der destillativen Auftrennung von technischem C_8 - C_{18} -Kokosfettalkohol anfallen und mit einem Anteil von weniger als 6 Gew.-% C_{12} -Alkohol verunreinigt sein können sowie Alkyloligoglucoside auf Basis technischer $C_{9/11}$ -Oxoalkohole ($DP = 1$ bis 3). Der Alkyl- bzw. Alkenylrest R^9 kann sich ferner auch von primären Alkoholen mit 12 bis 22, vorzugsweise 12 bis 14 Kohlenstoffatomen ableiten. Typische Beispiele sind Laurylalkohol, Myristylalkohol, Cetylalkohol, Palmoleylalkohol, Stearylalkohol, Iso-stearylalkohol, Oleylalkohol, Elaidylalkohol, Petroselinylalkohol, Arachylalkohol, Gadoleylalkohol, Behenylalkohol, Erucylalkohol, Brassidylalkohol, Guerbetalkoholen sowie deren technische Gemische, die wie oben beschrieben erhalten werden können. Bevorzugt sind Alkyloligoglucoside auf Basis von gehärtetem $C_{12/14}$ -Kokosalkohol mit einem DP von 1 bis 3.

[0018] Die gemeinsame Trocknung kann dergestalt erfolgen, daß man die wäßrigen Pasten der unterschiedlichen Tenside zuvor vermischt, homogenisiert und dann in den Dünnschichtverdampfer einbringt. Es ist jedoch ebenfalls möglich, die Pasten getrennt einzudosieren und die Vermischung in situ vorzunehmen. Das Gewichtsverhältnis zwischen den anionischen/amphoteren Tensiden und Alkyl- und/oder Alkenyloligoglykosiden kann dabei - bezogen auf den Waschaktivsubstantzgehalt - 10 : 90 bis 90 : 10, vorzugsweise 25 : 75 bis 75 : 25 betragen. Besonders bevorzugt sind dabei Mischungen von Sulfosuccinaten und Alkyloligoglucosiden im Gewichtsverhältnis 40 : 60 bis 60 : 40, die sich nach der Trocknung hervorragend zur Herstellung von Stückseifen eignen.

Trocknen und Granulieren im Flashdryer

[0019] Die gleichzeitige Trocknung und Granulierung erfolgt in einem horizontal angeordneten Dünnschichtverdampfer bzw. -trockner mit rotierenden Einbauten, wie er z.B. von der Firma VRV unter der Bezeichnung "Flashdryer" oder der Firma VOMM unter der Bezeichnung "Turbodryer" vertrieben wird. Hierbei handelt es sich, vereinfacht dargestellt, um ein Rohr, das über mehrere Zonen hinweg unterschiedlich temperiert werden kann. Über eine oder mehrere Wellen, die mit Blättern oder Flugscharen als rotierende Einbauten versehen sind, wird das pastöse Einsatzmaterial, das über eine Pumpe eindosiert wird, gegen die beheizte Wandung geschleudert, an der die Trocknung in einer dünnen Schicht von typischerweise 1 bis 10 mm Stärke erfolgt. Im Sinne der Erfindung hat es sich als vorteilhaft erwiesen, an den Dünnschichtverdampfer einen Temperaturgradienten von 130 (Produkteinlaß) auf 20°C (Produktaustrag) anzulegen. Hierzu werden beispielsweise die beiden ersten Zonen des Verdampfers auf 120 bis 130°C geheizt und die letzte bis auf 20°C gekühlt. Der Dünnschichtverdampfer bzw. -trockner wird bei atmosphärischem Druck betrieben und im Gegenstrom mit Luft, vorzugsweise aber mit einem alkalisch eingestellten Gasstrom, z.B. Ammoniak (Durchsatz 50 bis 150 m³/h) begast. Die Eintrittstemperatur des Gases liegt in der Regel bei 20 bis 30, die Austrittstemperatur bei 90 bis 110°C. Die Durchsatzmenge der Tensidpasten ist natürlich von der Größe des Trockners abhängig, liegt beispielsweise bei 5 bis 25 kg/h. Es empfiehlt sich, die Pasten bei der Einspeisung auf 40 bis 60°C zu temperieren und ihnen zur Vermeidung von Hydrolyseprozessen 0,05 bis 0,5 Gew.-% - bezogen auf den Feststoffgehalt - an Alkalicarbonat, vorzugsweise Natriumcarbonat, zuzusetzen.

[0020] Ein weitere bevorzugte Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens besteht darin, das wäßrige Tensid auf der heißen Kontaktfläche mit bereits getrocknetem Endprodukt zu vermischen. Hierzu wird ein Produktteilstrom von etwa 10 bis 40, vorzugsweise 15 bis 25 Gew.-% - bezogen auf den Massenfluß der eingesetzten Paste - am Austritt des Trockners entnommen und mit Hilfe einer Feststoffdosierschnecke in unmittelbarer Nähe des Pasteneintritts direkt in den Apparat rückdosiert. Durch diese Maßnahme gelingt es, die Klebrigkeit des wäßrigen Tensids zu vermindern und einen besseren Wandkontakt des Produktes auf der gesamten zur Verfügung stehenden Oberfläche herzustellen. Hierdurch wird der Produkttransport vergleichmäßig und die Produkttrocknung intensiviert. Gleichzeitig kann durch die Zugabe des Endproduktes die Korngrößenverteilung des Granulats gezielt zu größeren Produkten verschoben, d.h. der unerwünschte Feinstaubanteil signifikant reduziert werden. Mit dieser Maßnahme ist eine Durchsatzsteigerung bezogen auf analoge Prozeßbedingungen ohne Feststoffrückführung zu erreichen.

[0021] Nach der Trocknung hat es sich weiterhin als sehr vorteilhaft erwiesen, die noch etwa 50 bis 70°C heißen Granulate auf ein Förderband, vorzugsweise eine Schwingrinne oder dergleichen zu geben und dort rasch, d.h. innerhalb einer Verweilzeit von 20 bis 60 s, mit Umgebungsluft auf Temperaturen von etwa 30 bis 40°C abzukühlen. Zur

weiteren Verbesserung der Beständigkeit gegenüber unerwünschter Wasseraufnahme kann man die Granulate besonders hygroskopischer Tenside auch anschließend durch Zugabe von 0,5 bis 2 Gew.-% Kieselsäure abpudern,

Gewerbliche Anwendbarkeit

[0022] Die nach dem erfindungsgemäßen Verfahren erhältlichen Granulate können anschließend mit weiteren Inhaltsstoffen von pulverförmigen oberflächenaktiven Mitteln, wie beispielsweise Turmpulvern für Waschmittel abgemischt werden. Es ist ferner problemlos möglich, die Pulver in wäßrige Zubereitungen einzuarbeiten. Tatsächlich werden bei Verwendung der Pulver gegenüber den wäßrigen Ausgangspasten keine Unterschiede in den anwendungstechnischen Eigenschaften beobachtet. Auch gerade in Stückseifen vom Combibar- oder Syndettyp, Zahnpasten oder zur Herstellung von Emulgatoren für die Emulsionspolymerisation lassen sich die Granulate beispielsweise zusammen mit Fettsäuren, Fettsäuresalzen, Fettalkoholen, Stärke, Polyglycolen und dergleichen ohne weiteres einarbeiten.

Beispiele

Beispiele 1 bis 5

[0023] Die Herstellung der Granulate erfolgte in einem Flashdryer der VRV S.p.A., Mailand/IT. Es handelte sich hierbei um einen horizontal angeordneten Dünnschichtverdampfer (Länge 1100 mm, Innendurchmesser : 155 mm) mit 4 Wellen und 22 Blättern, deren Abstand zur Wandung 2 mm betrug. Der Trockner besaß drei separate Heiz- bzw. Kühlzonen und eine Wärmeaustauscherfläche von insgesamt 0,44 m². Der Betrieb erfolgte bei Normaldruck. Über eine Schwingpumpe wurden jeweils auf 50°C temperierte, gegebenenfalls mit 1 Gew.-% Natriumcarbonat additivierte wäßrige Tensidpasten (Feststoffgehalt 70 Gew.-%) mit einem Durchsatz von 11,5 kg/h in den Dünnschichtverdampfer gepumpt, dessen Heizzonen 1 und 2 auf 125°C und dessen Kühlzone 3 auf 20°C eingestellt worden waren. Die Geschwindigkeit der Rotoren betrug 24 m/s. Der Flashdryer wurde mit Luft bzw. einem Luft/ Ammoniakgemisch 1:1 (ca. 110 m³/h) begast; die Gasaustrittstemperatur betrug ca. 65°C. Das vorgetrocknete, noch etwa 60°C heiße Granulat wurde auf eine Schwingrinne (Länge 1 m) gegeben, mit Raumluft begast und innerhalb von 30 s auf etwa 40°C abgekühlt. Anschließend wurde es mit etwa 1 Gew.-% Kieselsäure (Sipernat® 50 S) abgepulvert. Es wurde ein trockenes, rein-weißes, auch nach längerer Lagerung an der Luft rieselfähiges und nicht-klumpendes Granulat erhalten. Die Kenn-
daten des Granulats sind in Tabelle 1 wiedergegeben.

Tabelle 1:

Kenndaten des Flashdryer Granulats (Prozentangaben als Gew.-%)								
Bsp.	Tensidpaste	Komgrößenverteilung [%] in mm					RW [%]	SD [g/l]
		> 0,8	> 0,4	> 0,2	> 0,1	< 0,1		
1	Sodium Lauryl Sulfate ¹⁾	11,1	19,0	24,2	31,0	14,7	1,3	610
2	Sodium Laureth Sulfate ¹⁾	11,8	21,0	26,3	35,5	5,4	1,2	615
3	Sodium Laureth Sulfosuccinate ²⁾	12,0	13,4	27,1	34,0	13,5	1,3	620
4	Cocoamidopropyl Betaine	12,2	12,7	23,5	33,7	17,9	1,3	610
5	Sodium Laureth Sulfosuccinate/Coco Glucosides (1:1) ²⁾	11,9	12,5	22,9	32,7	20,0	1,3	600

1) Zusatz von Natriumcarbonat zur Paste, Luft/Ammoniak-Gasstrom

2) Zusatz von Natriumcarbonat zur Paste

RW = Restwassergehalt im Granulat

SD = Schüttdichte

Beispiele 6 bis 11

[0024] Analog Beispiel 1 wurden Alkylsulfatpasten getrocknet. Dabei wurde jedoch ein Produktteilstrom (Beispiele 7, 8 und 11) am Austritt des Trockners entnommen und mit Hilfe einer Feststoffdosierschnecke in unmittelbarer Nähe des Pasteneintritts direkt in den Apparat zurückdosiert. Die Ergebnisse sind in Tabelle 2 zusammengefaßt.

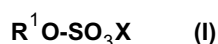
Tabelle 2

Trocknung von AS-Pasten mit Produktrückführung (Prozentangaben als Gew.-%)						
Parameter	6	7	8	9	10	11
Einsatzmaterial	1	1	1	2	2	2
Trocknungstemperatur [°C]	128					
Mengenstrom Paste [kg/h]	8,5	11,5	13,5	8,5	11,3	11,3
Mengenstrom fest [kg/h]	-	3,5	1,7	-	-	1,7
Wassergehalt Endprodukt [%]	0,4	0,4	0,4	0,7	1,3	1,0
Schüttdichte [g/l]	557		593	654		657
Kornspektrum [%]						
> 0,8 mm	11,1		29,4	0,8		0,7
> 0,4 mm	19,0		30,2	3,0		9,1
> 0,2 mm	24,2		23,9	7,2		19,7
> 0,1 mm	31,0		13,1	32,2		45,7
< 0,1 mm	14,7		3,4	56,8		24,8
1) Kokosalkylsulfat-Natriumsalz, 35 Gew.-% Aktivsubstanz						
2) Laurylsulfat-Natriumsalz, 35 Gew.-% Aktivsubstanz						

[0025] Die Beispiele 6 bis 8 zeigen, daß bei gleichbleibendem Wassergehalt des Endproduktes der Durchsatz von Paste von 8,5 auf 13,5 kg/h gesteigert werden konnte, wenn die Pulverrückführung eingesetzt wurde. Die rückgeführte Menge konnte dabei in weiten Bereichen variiert werden (Beispiele 7 und 8). Das Produkt gemäß Beispiel 8 ist gegenüber Beispiel 1 wesentlich gröber. Die Beispiele 9 und 10 zeigen, daß eine Durchsatzserhöhung ohne Pulverrückführung zu einem Anstieg des Produktwassergehaltes von 0,7 auf 1,3 Gew.-% führen kann. Die Pulverrückführung (Beispiel 11) reduzierte die Produktfeuchte und führte wieder zu Pulvern mit geringerem Staubanteil.

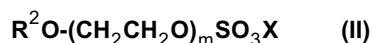
Patentansprüche

- Verfahren zur Herstellung von festen Waschmittelrohstoffen durch gleichzeitige Trocknung und Granulierung von wäßrigen Pasten von anionischen und/oder amphoteren Tensiden in einem horizontalen Dünnschichtverdampfer bzw. -trockner mit rotierenden Einbauten, **dadurch gekennzeichnet, daß** man die Trocknung bei einer Temperatur im Bereich von 120 bis 130°C durchführt.
- Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, daß** man wäßrige Pasten von anionischen und/oder amphoteren Tensiden einsetzt, die ausgewählt sind aus der Gruppe, die gebildet wird von Seifen, Alkylbenzolsulfonaten, Alkansulfonaten, Olefinsulfonaten, Alkylethersulfonaten, Glycerinethersulfonaten, α -Methylestersulfonaten, Sulfosäuren, Alk(en)ylsulfaten, Alk(en)ylethersulfaten, Glycerinethersulfaten, Hydroxymischethersulfaten, Monoglycerid(ether)sulfaten, Fettsäureamid(ether)sulfaten, Mono- und Dialkylsulfosuccinaten, Mono- und Dialkylsulfosuccinamaten, Sulfotriglyceriden, Amidseifen, Ethercarbonsäuren und deren Salzen, Fettsäureisethionaten, Fettsäuresarcosinaten, Fettsäuretauriden, N-Acylaminosäuren, Alkyloligoglucosidsulfaten, Proteinfettsäurekondensaten, Alkyl(ether)phosphaten, Alkylbetainen, Alkylamidobetainen, Aminopropionaten, Aminoglycinaten, Imidazoliniumbetainen und Sulfobetainen.
- Verfahren nach den Ansprüchen 1 und 2, **dadurch gekennzeichnet, daß** man wäßrige Pasten von Alkyl- und/oder Alkenylsulfaten der Formel (I) einsetzt,



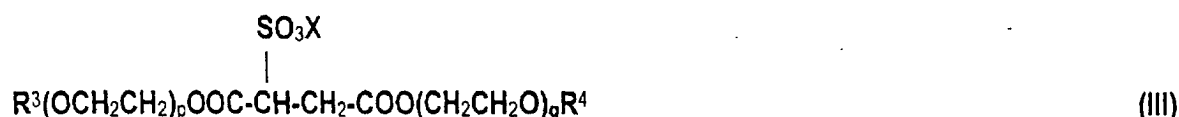
in der R^1 für einen linearen oder verzweigten, aliphatischen Alkyl- und/oder Alkenylrest mit 6 bis 22, vorzugsweise 12 bis 18 Kohlenstoffatomen und X für ein Alkali- und/oder Erdalkalimetall, Ammonium, Alkylammonium, Alkanolammonium oder Glucammonium steht.

4. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet, daß** man wäßrige Pasten von Alkylethersulfaten der Formel (II) einsetzt,



in der R^2 für einen linearen oder verzweigten Alkyl- und/oder Alkenylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen, m für Zahlen von 1 bis 10 und X für ein Alkali- und/oder Erdalkalimetall, Ammonium, Alkylammonium, Alkanolammonium oder Glucammonium steht.

5. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet, daß** man wäßrige Pasten von Sulfosuccinaten der Formel (III) einsetzt,



in der R^3 für einen Alkyl- und/oder Alkenylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen, R^4 für R^3 oder X, p und q unabhängig voneinander für 0 oder Zahlen von 1 bis 10 und X für ein Alkali- oder Erdalkalimetall, Ammonium, Alkylammonium, Alkanolammonium oder Glucammonium steht.

6. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet, daß** man wäßrige Pasten von Betainen der Formel (IV) einsetzt,



in der R^5 für Alkyl- und/oder Alkenylreste mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen, R^6 für Wasserstoff oder Alkylreste mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, R^7 für Alkylreste mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, x für Zahlen von 1 bis 6 und Y für ein Alkali- und/oder Erdalkalimetall oder Ammonium steht.

7. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 6, **dadurch gekennzeichnet, daß** man Betaine der Formel (V) einsetzt,



in der R^8CO für einen aliphatischen Acylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen und 0 oder 1 bis 3 Doppelbindungen, y für Zahlen von 1 bis 3 steht und R^6 , R^7 , x und Y die oben angegebenen Bedeutungen haben.

8. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 7, **dadurch gekennzeichnet, daß** man die Trocknung in Gegenwart eines alkalisch eingestellten Gasstroms durchführt.

9. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 8, **dadurch gekennzeichnet, daß** man die Trocknung in Gegenwart von Alkalicarbonaten durchführt.

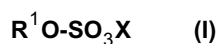
10. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 9, **dadurch gekennzeichnet, daß** man die wäßrige Tensidpaste auf der heißen Kontaktfläche mit bereits getrocknetem Endprodukt rückvermischt.

Claims

1. A process for the production of solid detergent raw materials by simultaneous drying and granulation of water-containing pastes of anionic and/or amphoteric surfactants in a horizontal thin-layer evaporator or dryer with rotating internals, **characterized in that** drying is carried out at a temperature of 120 to 130°C.

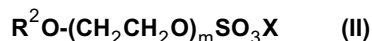
2. A process as claimed in claim 1, **characterized in that** aqueous pastes of anionic and/or amphoteric surfactants selected from the group consisting of soaps, alkyl benzenesulfonates, alkane sulfonates, olefin sulfonates, alkyl ether sulfonates, glycerol ether sulfonates, α -methyl ester sulfonates, sulfofatty acids, alk(en)yl sulfates, alk(en)yl ether sulfates, glycerol ether sulfates, hydroxy mixed ether sulfates, monoglyceride (ether) sulfates, fatty acid amide (ether)sulfates, mono- and dialkyl sulfosuccinates, mono- and dialkyl sulfosuccinamates, sulfotriglycerides, amide soaps, ether carboxylic acids and salts thereof, fatty acid isethionates, fatty acid sarcosinates, fatty acid taurides, N-acyl amino acids, alkyl oligoglucoside sulfates, protein fatty acid condensates, alkyl (ether)phosphates, alkyl betaines, alkyl amidobetaines, aminopropionates, aminoglycinates, imidazolinium betaines and sulfobetaines are used.

3. A process as claimed in claims 1 and 2, **characterized in that** aqueous pastes of alkyl and/or alkenyl sulfates corresponding to formula (I):



where R^1 is a linear or branched, aliphatic alkyl and/or alkenyl group containing 6 to 22 and preferably 12 to 18 carbon atoms and X is an alkali metal and/or alkaline earth metal, ammonium, alkylammonium, alkanolammonium or glucammonium, are used.

4. A process as claimed in claims 1 to 3, **characterized in that** aqueous pastes of alkyl ether sulfates corresponding to formula (II):



where R^2 is a linear or branched alkyl and/or alkenyl group containing 6 to 22 carbon atoms, m is a number of 1 to 10 and X is an alkali and/or alkaline earth metal, ammonium, alkylammonium, alkanolammonium or glucammonium, are used.

5. A process as claimed in claims 1 to 4, **characterized in that** aqueous pastes of sulfosuccinates corresponding to formula (III):



where R^3 is an alkyl and/or alkenyl group containing 6 to 22 carbon atoms, R^4 has the same meaning as R^3 or X, p and q independently of one another stand for 0 or for numbers of 1 to 10 and X is an alkali metal or alkaline earth metal, ammonium, alkylammonium, alkanolammonium or glucammonium, are used.

6. A process as claimed in claims 1 to 5, **characterized in that** aqueous pastes of betaines corresponding to formula (IV):



in which R⁵ represents alkyl and/or alkenyl groups containing 6 to 22 carbon atoms, R⁶ represents hydrogen or alkyl groups containing 1 to 4 carbon atoms, R⁷ represents alkyl groups containing 1 to 4 carbon atoms, x is a number of 1 to 6 and Y is an alkali metal and/or alkaline earth metal or ammonium, are used.

7. A process as claimed in claims 1 to 6, **characterized in that** betaines corresponding to formula (V):



where R⁸CO is an aliphatic acyl group containing 6 to 22 carbon atoms and 0 or 1 to 3 double bonds, y is a number of 1 to 3 and R⁶, R⁷, x and Y are as defined above, are used.

8. A process as claimed in claims 1 to 7, **characterized in that** drying is carried out in the presence of an alkaline gas stream.
9. A process as claimed in claims 1 to 8, **characterized in that** drying is carried out in the presence of alkali metal carbonates.
10. A process as claimed in claims 1 to 9, **characterized in that** the water-containing surfactant paste is back-mixed with already dried end product on the hot contact surface.

Revendications

1. Procédé de préparation de matières premières détergentes par séchage et granulation simultanée de pâtes aqueuses d'agents tensioactifs anioniques et/ou amphotères dans un évaporateur en couche mince horizontal, ou un séchoir en couche mince horizontal ayant des chicanes rotatives, **caractérisé en ce qu'** on effectue le séchage à une température dans la plage de 120 à 130°C.
2. Procédé selon la revendication 1, **caractérisé en ce qu'** on met en oeuvre des pâtes aqueuses d'agents tensioactifs anioniques et/ou amphotères choisis dans le groupe formé de savons, d'alkylbenzènesulfonates, des alkanesulfonates, des oléfines sulfonates, des alkyléthersulfonates, des glycéroléthersulfonates, des α-méthylestersulfonates, des acides gras sulfonés, des alk(en)ylsulfates, des alk(en)yléthersulfates, des glycéroléthersulfates, des (éther mixtes hydroxylés)sulfates, des monoglycérade (éther)sulfates, des amides d'acide gras (éther)sulfates, de mono- et dialkylsulfosuccinates, des mono et dialkylsulfosuccinamates, des sulfotriglycérides, des savons amidifiés, des acides éthercarboxyliques et de leurs sels, des isethionates d'acide gras, des sarcosinates d'acide gras, des taurides d'acide gras, des acides N-acylaminés,

des alkyloligoglucosidesulfates, des produits de condensation de protéine et d'acide gras, des alkyl(éther)phosphates, des alkylbétaines, des alkylamidobétaines, des aminopropionates, des aminoglycinates, des bétaines d'imidazolinium et des sulfobétaines.

3. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 et 2,
caractérisé en ce qu'
on met en oeuvre des pâtes aqueuses d'alkyl et/ou d'alkénysulfates de formule (I),



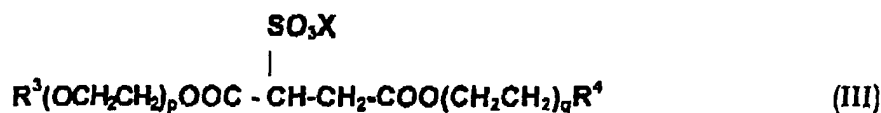
dans laquelle R^1 représente un reste alkyle et/ou alkényle aliphatique linéaire ou ramifié ayant de 6 à 22, de préférence de 12 à 18 atomes de carbone et X représente un métal alcalin et/ou alcalino-terreux, un ammonium, un alkylammonium, un alkanolammonium, ou un glucammonium.

4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3,
caractérisé en ce qu'
on met en oeuvre des pâtes aqueuses d'alkyléthersulfates de formule (II),



dans laquelle R^2 représente un reste alkyle et/ou alkényle linéaire ou ramifié, ayant de 6 à 22 atomes de carbone, m représente des nombres allant de 1 à 10, et X représente un métal alcalin et/ou alcalino-terreux, un ammonium, un alkylammonium, un alkanolammonium ou un glucammonium.

5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4,
caractérisé en ce qu'
on met en oeuvre des pâtes aqueuses de sulfosuccinates de formule (III),



dans laquelle R^3 représente un reste alkyle et/ou alkényle ayant de 6 à 22 atomes de carbone, R^4 représente R^3 ou X, p et q indépendamment l'un de l'autre représentent 0 ou des nombres allant de 1 à 10, et X représente un métal alcalin ou alcalino-terreux, un ammonium, un alkylammonium, un alkanolammonium ou un glucammonium.

6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5,
caractérisé en ce qu'
on met en oeuvre des pâtes aqueuses de bétaines de formule (IV),



dans laquelle R^5 représente des restes alkyle et/ou alkényle ayant de 6 à 22 atomes de carbone, R^6 représente de l'hydrogène ou des restes alkyle ayant de 1 à 4 atomes de carbone, R^7 représente des restes alkyle ayant de 1 à 4 atomes de carbone, x représente des nombres allant de 1 à 6 et Y représente un métal alcalin et/ou alcalino-terreux ou un ammonium.

7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6,
caractérisé en ce qu'
 on met en oeuvre des bétaines de formule (V),



dans laquelle R^8CO représente un reste acyle aliphatique ayant de 6 à 22 atomes de carbone, et 0 ou 1 à 3 double liaisons, y représente des nombres allant de 1 à 3 et R^6 , R^7 et Y ont des significations indiquées ci-dessus.

8. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7,
caractérisé en ce qu'
 on effectue le séchage en présence d'un courant gazeux ajusté alcalin.
9. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 8,
caractérisé en ce qu'
 on effectue le séchage en présence de carbonates de métal alcalin.
10. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 9,
caractérisé en ce qu'
 on remélange les pâtes aqueuses d'agent tensioactif sur les surfaces chaudes de contact avec le produit final déjà séché.