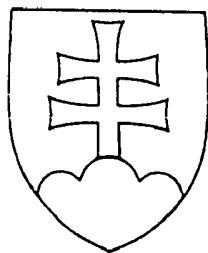


SLOVENSKÁ  
REPUBLIKA

(19)



ÚRAD  
PRIEMYSELNÉHO  
VLASTNÍCTVA

ZVEREJNENÁ PRIHLÁŠKA  
-VYNÁLEZU

(21) 421-93

(13) A3

5(51) C 11 D 1/28

(22) 29.04.93

(32) 30.10.90

(31) 90 202 886.9

(33) EP

(40) 09.02.93

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

(72) VEGA Jose Luis, Strombeek-Bever, BE; GOOVAERTS Lu-  
cas, Haacht, BE;

(54) Spôsob prípravy povrchovo aktívnych aglomerátov  
obsahujúcich metylester kyseliny sulfónovej

(57) Predkladaný vynález sa zaoberá spôsobom prípravy  
povrchovo aktívnych aglomerátov, obsahujúcich me-  
tylester kyseliny sulfónovej, ktoré sú používané  
ako súčasť detergentných prípravkov. Podľa uvede-  
ného spôsobu je možné zlepšiť ich farebné vlast-  
nosti. Tento spôsob zahŕňa: sulfonáciu metyleste-  
ru, vyvážanie produktu sulfonácie, esterifikáciu  
uvedeného produktu sulfonácie za vzniku kyslého  
produktu a aglomeráciu tohoto kyslého produktu  
uskutočnenú tak, že súčasne alebo tesne pred ňou  
sa produkt nechá reagovať s pevným bieliacim či-  
nidlom.

Zlepšenie farby povrchovo aktívnych aglomerátov prídavkom pevného bieliaceho činiteľa

### Oblasť techniky

Vynález sa zaoberá spôsobom prípravy povrchovo aktívnych aglomerátov, ktorých farba je zlepšená prídavkom pevného bieliaceho činiteľa.

### Doterajší stav techniky

Predkladaný vynález zahŕňa nový spôsob prípravy povrchovo aktívnych aglomerátov, farba ktorých je zlepšená prídavkom pevného bieliaceho činiteľa. Tieto aglomeráty tvoria súčasť detergentných prípravkov. Konkrétne sa tento vynález zaoberá prípravou povrchovo aktívnych aglomerátov, ktorých jednu zložku tvoria ester-sulfonáty (MES). Príprava alkalických solí alkylesterov alfa-sulfónových mastných kyselín (ester-sulfonátov) sulfonáciou metylesterov mastných kyselín plynným  $\text{SO}_3$  a následnou neutralizáciou vzniknutých sulfokyselín vodnými alkalickými hydroxidmi, napríklad hydroxidom sodným, je známa dlhší čas. Výslednicové produkty tohoto spôsobu, tj. alkalické soli odpovedajúcich alkylesterov alfa-sulfónových mastných kyselín, sú prevažne užívané v umývacích a čistiacich detergentných prípravkoch.

Všetky dosiaľ známe spôsoby ich priprav sú však neuspokojivé. Svetlo sfarbené konečné produkty vhodné pre priame použitie v detergentoch možno síce získať, ale výťažky sulfonačného kroku sú nízke. Ak vedú podmienky prípravy k vyšším výťažkom, spôsobuje farebná nestabilita mastných kyselín a ich esterov pri sulfonácii vznik tmavo sfarbených hnedo-čiernych surových produktov, ktoré sú pre priame použitie v umývacích a čistiacich prostriedkoch nevhodné. Z toho vyplýva potreba zaradiť za taký sulfonačný krok operáciu bielenia tmavých derivátov alfa-sulfónových mastných kyselín, aby výsledkom postupu boli len svetlo sfarbené produkty.

vhodné pre využitie v umývacích a čistiacich prostriedkoch. V mnohých detergentných prípravkoch sú používané predovšetkým metylestery sulfonátov, ako "prirodzené" povrchovo aktívne látky - tj. povrchovo aktívne látky pochádzajúce z loja, kokosu a palmy. Pri týchto látkach je, okrem mnohých iných nevýhod, hlavným problémom to, že pri zmiešaní MES s anorganickým prachom pri tvorbe aglomerátov, sú východiskové aglomeráty tmavo sfarbené a teda neprijateľné pre odberateľa detergentných výrobkov.

Ďalším problémom pri príprave vodných ester-sulfonátov je to, že sa v priebehu prípravy akumuluje produkt vo forme vodnej pasty, ktorá potom obsahuje značný podiel aktívnej látky. Konkrétne posledné pokusy získať prijateľne sfarbený detergentný výrobok obsahujúci MES viedli k vysoko viskózne paste i pri využití iných postupov. Tieto pasty už nie je možné čerpať; vysoko viskózne pasty ester-sulfonátov nesú vždy riziko zapchania aparatury a trubičiek. Z toho vyplýva už dávno pocitovaná potreba nájsť taký spôsob prípravy alkalických solí alkylesterov alfa-sulfónových mastných kyselín, ktorý by sa vyhol vysokej viskozite produktov alebo ju aspoň znížil.

Tretí problém vyskytujúci sa často u ester-sulfonátov, konkrétne u detergentov obsahujúcich MES, sa týka pridávania chlornanu alebo peroxidu vodíka ku kyslej zmesi pre zlepšenie farby. Okrem toho, že tieto látky tiež vytvárajú vysoko viskózne pasty, majú sklon v alkalickom prostredí hydrolyzovať estery pri vzniku dvojných solí. Tieto soli sú už príliš hydrofílne pre všeobecné využitie v detergentoch.

V publikovanej japonskej patentovej žiadosti č. 84-16870 je popísaný spôsob prípravy solí alkylesterov alfa-sulfónových mastných kyselín, podľa ktorého sú estery alfa-sulfónových mastných kyselín vznikajúce v sulfonačnom kroku bielené účinkom  $H_2O_2$  v prítomnosti polykarboxylovej kyseliny alebo niektorej z jej solí. Nasledujúca neutralizácia prevádza

estery alfa-sulfónových mastných kyselín na odpovedajúce soli. Hoci takto pripravené soli sú veľmi vhodné pre využitie v umývacích a čistiacich detergentných prostriedkoch, bieliaci krok vyžaduje čas reakcie spravidla 1 hodinu, nerátajúc do toho čas potrebný pre následnú neutralizáciu.

US-A-4 547 popisuje spôsob prípravy farebne stálych svetlých pást vodných solí esterov alfa-sulfónových mastných kyselín s čistiacimi účinkami. Podľa tohoto spôsobu sú tmavo sfarbené estery alfa-sulfónových mastných kyselín vznikajúce pri sulfonačnom kroku najskôr bielené alkalickými chlornanmi v neutrálnom či mierne alkalickom vodnom prostredí, pri druhom kroku sú bielené zvyčajným postupom účinkom peroxidu vodíka v mierne kyslom vodnom prostredí. Celá bieliaca operácia trvá niekoľko hodín, zahŕňa zmenu hodnoty pH v reakčnom prostredí so všetkými z toho plynúcimi ťažkosťami. Jej výsledkom je vodná pasta soli, obsahujúca 20 až 60 % hmotnostných aktívnej látky. S rastúcim podielom aktívnej látky sa zvyšuje viskozita pasty, čo, ako už bolo popísané vyššie, vedie k určitým ťažkostiam.

US-A-3 142 691 popisuje prípravu svetlo sfarbených sulfónových mastných kyselín a ich derivátov. Konkrétne popisuje spôsob bielenia tmavo sfarbených sulfónových mastných kyselín a ich derivátov s využitím kyslíkatých kyselín, ich solí, prípadne anhydridov, ktoré majú silné oxidačné účinky.

US-A-4 874 552 popisuje spôsob prípravy pevných, bezvodových alkalických solí alkylesterov alfa-sulfónových mastných kyselín, podľa ktorého sa priebežne zmiešavajú estery s vodným roztokom peroxidu vodíka. Výsledkom tohoto postupu je látka obsahujúca pevný uhličitan alkalického kovu v určitom rozmedzí teplôt, prípadne v prítomnosti vodného alkalického hydroxidu.

### Podstata vynálezu

Predkladaný vynález hľadá spôsob, ako zlepšiť farbu povrchovo aktívnych aglomerátov, špeciálne aglomerátov obsahujúcich MES. Ďalej hľadá spôsob, ako zjednodušiť dvojstupňový postup bielenia bez toho, aby sa postupom času viditeľne zhoršila farba aglomerátu. Predkladaný vynález ďalej popisuje spôsob, podľa ktorého je možné vynechať pridávanie vody, vodných bieliacich činidiel, prípadne roztokov obsahujúcich ďalšie bieliace činidlá. Znížia sa tak problémy súvisiace s vysokou viskozitou pást alebo tvorbou pien kyslých produktov, ktoré sú spôsobené vysokým obsahom vody, ako je uvedené vyššie. Nakoniec, predkladaný vynález navrhuje výhodný spôsob prípravy aglomerátov so zníženým obsahom vody, čo znižuje potrebu ich sušenia. Predkladaný vynález sa zaoberá spôsobom prípravy farebne zlepšených povrchovo aktívnych aglomerátov obsahujúcich ester-sulfonáty, najmä metylester-sulfonáty (MES). Bežne užívané spôsoby príprav zanechávajú u mnohých povrchovo aktívnych aglomerátov, najmä ak obsahujú MES, nežiadúce farebné vlastnosti. To potom obmedzuje ich využitie v detergentných výrobkoch. Z tohoto dôvodu sú u väčšiny detergentov obsahujúcich MES granule MES bielené účinkom vodného bieliaceho činidla, medzi krokom esterifikácie a neutralizácie.

Teraz bolo prekvapivo zistené, že bezvodové alkylestery pevných alfa-sulfónových mastných kyselín s dobrými farebnými vlastnosťami, konkrétne aglomeráty obsahujúce MES, je možné pripraviť s využitím pevných bieliacich činidiel pri bielení a výhodne aj pri neutralizácii (najmä suchej neutralizácii) produktov sulfonačného kroku, tj. tmavo sfarbených alkylestеров alfa-sulfónových mastných kyselín (napr. MES). V spôsobe podľa predkladaného vynálezu, vďaka vynechaniu raného kroku bielenia alebo neutralizácie produktu pred aglomeráciou granúl, je možné vyhnúť sa tvorbe vysoko viskózneho pasty. Predkladaný vynález tak umožňuje neočakávane jednoduchú tvorbu farebne prijateľných výrobkov. Predkladaný vynález tiež

znižuje problém vzniku hydrátovanej pasty, v ktorej sa prejavuje zvýšený sklon k tvorbe dvojných solí.

Predkladaný vynález znižuje problém vzniku hydrátovanej pasty vďaka tomu, že je vynechaný krok pridávania chlorečnanu či peroxidu vodíka do kyslej zmesi i nasledujúci krok hydrolýzy esteru v alkalickom prostredí, vedúci k vzniku dvojných solí. Podľa tohoto spôsobu možno použiť ktorýkoľvek z uhličitanov alkalických kovov samostatne alebo v zmesi, za prítomnosti i neprítomnosti roztoku alkalického hydroxidu. Výhodne je používaný uhličitan sodný, lebo je lacný a ľahko dostupný.

Takto získané produkty obsahujú vysoký podiel pevných aktívnych látok, čo zjednodušuje ďalšie operácie. Aj ich využitie, ako súčastí detergentov v umývacích a čistiacich prostriedkoch, je výhodnejšie ako pri dosiaľ dostupných produktoch. Alkalické soli esterov alfa-sulfónových mastných kyselín pripravené neutralizáciou esterov alfa-sulfónových mastných kyselín a prípadne bielením, vždy obsahujú určitý podiel dvojných alkalických solí odpovedajúcich alfa-sulfónových mastných kyselín. Tieto dvojné soli vznikajú čiastočne pri alkalickej hydrolýze zmesových anhydridov esterov alfa-sulfónových mastných kyselín s metylesterom kyseliny sírovej, prítomným v surovom produkte sulfonácie. Dvojné soli vznikajú tiež pri nežiadúcej alkalickej hydrolýze metylesterov alfa-sulfónových mastných kyselín pri zvýšenej teplote a hodnotách pH 9 a vyšších. Preto musia byť tieto kroky uskutočňované veľmi opatrne, aby bola tvorba dvojných solí obmedzená.

S prekvapením bolo zistené, že spôsob prípravy alkalických solí alfa-sulfónových mastných kyselín podľa predkladaného vynálezu podstatne obmedzuje tvorbu dvojných solí, hoci to nebolo jeho pôvodným účelom.

### Podrobný popis vynálezu

Predkladaný vynález sa zaoberá spôsobom prípravy povrchovo aktívnych aglomerátov, používaných ako súčasť detergentných prípravkov. Tieto aglomeráty so zlepšenými farebnými vlastnosťami obsahujú metylestery sulfonátov. Uvedený spôsob zahŕňa sulfonáciu metylesteru, vyvárание produktu sulfonácie, jeho esterifikáciu vedúcu ku kyslému produktu a aglomeráciu tohoto kyslého produktu. Posledný uvedený stupeň prebieha tak, že sa kyslý produkt nechá reagovať s pevným bieliacim činidlom tesne pred aglomeráciou alebo behom nej. Vytvorené aglomeráty použiteľné v detergentných prípravkoch majú veľkosť častíc vhodnú pre dergenty, zvlášť pre práškové prípravky (vhodný priemer 100 až 1400  $\mu\text{m}$ ) a vykazujú dobré charakteristiky voľného toku.

Podľa uvedeného spôsobu je výhodné, ak je kyslý produkt neutralizovaný súčasne s, alebo po bielení pevným bieliacim činidlom. Výhodnejšie je dokonca uskutočniť neutralizáciu po bielení. Najvýhodnejší spôsob neutralizácie je suchá neutralizácia, nech už prevedená po, súčasne s, alebo výhodne pred vznikom aglomerátov obsahujúcich MES.

Odborné pojmy tu užívané sú v tejto oblasti všeobecne známe. Niektoré počiatočné stupne spôsobu prípravy podľa predkladaného vynálezu sú tiež všeobecne známe. Pojem vyvárания súvisí so sulfoesterom alfa-sulfónovej mastnej kyseliny. Sulfonátor musí byť zoštelovaný tak, aby zmes odtekajúcich produktov obsahovala maximum esteru alfa-sulfónovej mastnej kyseliny. To je možné zabezpečiť udržaním reakčnej doby (za danej teploty) dostatočne dlhej k tomu, aby vznikajúci kineticky výhodnejší sulfoester alfa-sulfónovej mastnej kyseliny mohol prejsť na termodynamicky stálejší ester alfa-sulfónovej mastnej kyseliny. Ďalší stupeň známy v tejto oblasti je esterifikácia. Príkladom je postup nasledujúci po vyvárání, pri ktorom sa kyslá zmes produktov nechá reagovať s metanolom počas určitej doby a pri určitej

teplote. Zmyslom tohoto postupu je maximalizovať tvorbu esteru alfa-sulfónovej mastnej kyseliny a znížiť vznik dvojných solí. ✓  
Ďalšie stupne, ako dodávanie parfumov, poťahových činidiel, rozpúšťacích činidiel, atď., je možné nájsť vo zvyčajných spôsoboch aglomerácie. Z popisu charakteristík detergentných aglomerátov odborník pozná, že vlastnosť dobrého voľného toku zahŕňa malý sklon k spiekavosti, lepkavosti, nízky uhol statického trenia a podobne. Údaje v percentách sa týkajú väčšinou hmotnostných percent, pokiaľ nie je uvedené inak.

V spôsobe podľa predkladaného vynálezu je možné použiť ktorékoľvek bieliace činidlo, napríklad: peroxyboritan sodný v rôzne hydratovanej forme (monohydrát, tetrahydrát, atď.), peroxyuhličitan sodný, urea peroxid, peroxyhydráty fosfátov (ako peroxyhydrát pyrofosforečnanu sodného), chlorečnan vápenatý, chlorečnan lítny, chlórovaný fosforečnan trisodný, chloritan sodný, peroxysíran draselný, hydrogensiričitan sodný alebo draselný, ditioničitan sodný alebo zinočnatý a borohydrid sodný. Výhodnejšie pre predkladaný vynález sú pevné bieliace činidlá zo skupiny peroxyboritanov, peroxyuhličitanov a organických peroxykyselín; najvhodnejší z nich je peroxyuhličitan sodný alebo draselný. Je takisto vhodné použiť bieliace činidlo jemno mleté vo forme prachu. Výhodná priemerná veľkosť častíc pevného bieliaceho činidla je nižšia než 800  $\mu\text{m}$ , výhodnejšie nižšia než 200  $\mu\text{m}$ .

Pevné bieliace činidlo podľa predkladaného vynálezu je pre bielenie granúl detergentov používané v rôznych množstvách a stanovených pomeroch vzhľadom na kyslý produkt. Množstvo pevného bieliaceho činidla sa vzťahuje na kyslý produkt. Podiel činidla je 1 až 200 % hmotnostných vzhľadom na kyslý produkt, výhodnejšie 10 až 100 % hmotnostných. Vhodná teplota pri bielení kyslého produktu pevným bieliacim činidlom je 60 až 90° C.

Najvhodnejší spôsob prípravy podľa predkladaného vynálezu zahŕňa stupne:

- 1/ zmiešania kyslého MES s požadovaným množstvom pevného bieliaceho činidla vo forme jemného prachu
  - 2/ okamžitá reakcia vyššie uvedenej zmesi so suchým neutralizačným činidlom vo vhodnom mixéri/aglomeračnom zariadení
  - 3/ spracovanie aglomerátov MES s dobrými vlastnosťami voľného toku v aglomeračnom zariadení;
- tým je dovŕšená príprava aglomerátov obsahujúcich MES so zlepšenými farebnými vlastnosťami.

Stupne 1 a 2 je možné tiež urobiť súčasne. Kyslý MES sa nechá reagovať s príslušnými práškami vopred zmiešanými v mixéri/aglomeračnom zariadení. Podľa tohoto postupu vzniká očakávaný produkt, ale jeho farebné vlastnosti sú horšie než pri predchádzajúcom postupe.

Aglomeráty pripravené podľa predkladaného vynálezu môžu spočiatku mať horšie sfarbenie, avšak v priebehu skladovania sa farba postupne zlepšuje.

Predkladaný vynález sa zaoberá spôsobom prípravy alkalických solí alkylesterov alfa-sulfónových mastných kyselín, najmä aglomerátov obsahujúcich MES. Príprava zahŕňa bielenie a neutralizáciu metylesterov sulfokyselín uskutočnené v odpovedajúcej aparatúre. MES je priebežne zmiešavaný pri teplote 20 až 120° C, najvýhodnejšie 60 až 90° C, s pevným bieliacim činidlom alebo zlúčeninou uvoľňujúcou H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> a s pevným uhličitanom alkalického kovu. Hmotnostný pomer esteru k pevnému bieliacemu činidlu je v rozmedzí 0,5 až 25, výhodnejšie 1,5 až 5. Získaný produkt má charakter častíc (aglomerát) takých vlastností, že ho možno v suchom stave pridať do granúl detergenta. Vzniknuté pevné látky sú miešané podľa známych metód.

Spôsob prípravy podľa uvedeného vynálezu možno uskutočňovať vo vhodnej aparatúre či výrobnom zariadení, ktoré sú vybavené napríklad: sulfonačným reaktorom, vyváračím

tankom, esterifikačným reaktorom, atď. Pre zmiešavanie/aglomeráciu je možné použiť ktorýkoľvek mixér/aglomeračné zariadenie. Veľmi vhodné sú mixéry Fukae<sup>R</sup> z radu vyrábaného v Fukae Powtech Kogyo Co., Japonsko. Tento mixér má tvar zhora prístupného bubna, na základni je umiestené miešadlo so zvislou osou a nože sú pripevnené na stenách. Miešadlo i nože sú nezávislo ovládateľné, môžu pracovať pri rôznych rýchlostiach. Mixér sa dá doplniť chladiacim plášťom, pokiaľ je to nevyhnutné aj kryogennou jednotkou.

Iný mixér vhodný pre využitie v tomto vynáleze je Diosna<sup>R</sup> V z radu vyrobeného v Dierks & Söhne, Nemecko; a Pharma Matrix<sup>R</sup> z T K Fiedler Ltd., Anglicko. Ďalšie vhodné mixéry sú Fuji<sup>R</sup> VG-C z radu vyrábaného vo Fuji Sagnyo Co., Japonsko a Roto<sup>R</sup> z radu vyrábaného v Zanchetta & Co srl., Taliansko.

Ďalšie vhodné zariadenia zahŕňajú: Eirich<sup>R</sup> z radu RV vyrábaného v Gustau Eirich Hardheim, Nemecko; Lödige<sup>R</sup>, z radu FM určeného na sériové miešanie a z radu Baud KM určeného na kontinuálne miešanie/aglomeráciu, vyrábaného v Lödige Maschinenbau GmbH, Paderborn, Nemecko; Drais<sup>R</sup> T160 z radu vyrábaného v Drais Werke GmbH, Mannheim, Nemecko; a Winkworth<sup>R</sup> RT 25 z radu vyrábaného vo Winkworth Machinery Ltd., Berkshire, Anglicko.

Východiskové alkylestery alfa-sulfónových mastných kyselín sú pripravované podľa všeobecne používaného spôsobu sulfonácie alkylesteroz mastných kyselín. Tieto estery sa získavajú zo syntetických, semisyntetických alebo prírodných olejov alebo tukov, pochádzajúcich z rastlín, zvierat či vodných živočíchov. Mastné kyseliny obsahujú v kyselinom zbytku 8 až 22 uhlíkových atómov, výhodnejšie 12 až 18. Najvýhodnejšie sú mastné kyseliny, ktorých kyselinné zbytky obsahujú 16 až 18 uhlíkových atómov. Esterová skupina alkylesteroz mastných kyselín obyčajne obsahuje 1 až 6 uhlíkových atómov, výhodnejšie 1 až 3, metylestery sú obzvlášť výhodné.

Estery sú obyčajne pripravované zmydelnením syntetických, semisyntetických alebo prírodných olejov a/alebo tukov (prípadne ich zmesí) a následnou reakciou vzniknutých kyselín alkoholmi ktoré obsahujú jednu hydroxylovú skupinu a 1 až 6 uhlíkových atómov. Alternatívny postup je priama transesterifikácia odpovedajúcimi alkoholmi, zvlášť metanolom. Vzniknuté estery masných kyselín sú potom sulfonované zvyčajným spôsobom pri zvýšenej teplote účinkom zmesi plynného oxidu sírového a inertného plynu v sulfonačnom reaktore. Výsledkový produkt je sulfonovaný z 90 % a je viac či menej tmavo s farbený vďaka farebnej nestabilite alkylesterov masných kyselín.

Predkladaný vynález zahŕňa spôsob prípravy neutrálnych až mierne alkalických alkylesterov alfa-sulfónových masných kyselín (ester-sulfonátov), ktoré majú menej než 10 % vody a Klettovu farebnú hodnotu nižšiu ako 100. Podľa uvedeného spôsobu prebieha oxidatívne bielenie a neutralizácia súčasne. Ako východiskový materiál sa používa surový produkt sulfonácie alkylesterov masných kyselín, ktorých kyselinný zbytok obsahuje 6 až 22 uhlíkových atómov, výhodnejšie 12 až 18, tj. alkylesterov alfa-sulfónových masných kyselín.

Bielenie je uskutočňované účinkom pevných bieliacich činidiel alebo ich zmesí. Neutralizáciu možno uskutočniť uhličitanom alkalických kovov, zvlášť uhličitanom alebo hydrogenuhličitanom sodným, i účinkom iných alkalických pevných látok, ako je citrónan sodný, kremičitan sodný apod. Predkladateľ vynález využíva výhodný spôsob súčasného bielenia a neutralizácie. Bieliaci efekt je účinkom pevného bieliaceho činidla pekvapivo zvýšený, nie je podstatne ovplyvňovaný bočnými reakciami, ktoré sa obyčajne objavujú pri dosiaľ používaných dvojstupňových postupoch. Uvedený spôsob nevyžaduje druhý stupeň alkalického bielenia. Výslednicové produkty pôsobu súčasného bielenia a neutralizácie pri ochladzovacej aparatúry na laboratórnu teplotu, sú neutrálne až mierne alkalické pevné látky, ktoré je možné zbaľovať.

granulovť či vľočkovať zvyčajnými postupmi, sú dobre rozpustné vo vode a nie sú lepkavé. Spôsob podľa predkladaného vynálezu využíva viac či menej tmavo sfarbené alkylestery alfa-sulfónových mastných kyselín (pripravené sulfonáciou alkylesterov mastných kyselín) v bezvodovom stave. Východiskové látky môžu byť pevné alebo roztavené v závislosti na type alkylesterov alfa-sulfónovej mastnej kyseliny a na určenej hodnote reakčnej teploty. Reakčná teplota je obyčajne udržiavaná v rozmedzí 20 až 120° C, výhodnejšie 20 až 90° C, najvýhodnejšie 60 až 90° C. Pri vyšších teplotách, napr. v rozmedzí 60 až 90° C, sú využívané alkylestery alfa-sulfónových mastných kyselín prítomné v roztavenom stave.

Pevné bieliace činidlo a pevný uhličitan alebo hydrogenuhličitan alkalického kovu sú súčasne pridávané pri danej teplote k východiskovým esterom alfa-sulfónových mastných kyselín. Najvýhodnejšie sú metylestery, ako už bolo vyššie uvedené, pripravené transesterifikáciou s metanolom z východiskových prírodných zdrojov, napríklad loja, kokosového alebo palmojadrového oleja. Najčastejšie pevné bieliace činidlá, používané v praxi ako súčasť detergentných prípravkov, sú peroxyboritan sodný a peroxyuhličitan. Bezpečnostné opatrenia vyžadované pre prácu s koncentrovaným roztokom peroxidu vodíka je nevyhnutné dodržiavať aj tu.

Samotný spôsob aglomerácie je v tomto obore dobre známy. Pre aglomeráciu možno využiť množstvo štandardne používaných práčov, napríklad karborát, zeolit, silikan a podobne.

Podľa niektorých spôsobov, kde sú alkylestery alfa-sulfónových mastných kyselín alebo ich zmesi získané priamo sulfonáciou prírodných alkylesterov mastných kyselín, sú sulfonované produkty zmiešané s bieliacim a prípadne neutralizačným činidlom vo vhodnom mixéri/aglomeračnom zariadení. Reakcia začína spontánne. Jej počiatok sa prejaví tvorbou peny (efekt uvoľňovania oxidu uhličitého) a postupným zosvetľovaním zmesi. Podľa predkladaného vynálezu pena

nevzniká, čo prípravu prijateľných aglomerátov uľahčuje.

### Príklady prevedenia vynálezu

#### Príklady zloženia prípravkov

Nasledujúce príklady ilustrujú niektoré možné skladby prípravkov podľa predkladaného vynálezu, nechcú však obmedzovať jeho ďalšie aplikácie.

V uvádzaných príkladoch obsahujú aglomeráty nasledujúce prípravky ako pevné častice.

Zložky	Hmotnostné percentá
<b>Prípravok 1</b>	
metylester kyseliny sírovej (kyslý MES)	25.0 % ✓
zeolit A	40.0 %
uhličitan sodný	25.0 %
bieliace činidlo (monohdrát peroxyboritanu)	10.0 %
<b>Prípravok 2</b>	
metylester kyseliny sírovej	25.0 %
zeolit A	40.0 %
bieliace činidlo (monohdrát peroxyboritanu)	10.0 %
ďalšie zložky	doplňok do 100 %
<b>Prípravok 3</b>	
metylester kyseliny sírovej	25.0 %
zeolit A	30.0 %
bieliace činidlo (monohdrát peroxyboritanu)	20.0 %
ďalšie zložky	doplňok do 100 %

## Prípravok 4

metylester kyseliny sírovej	25.0 %
zeolit A	0.0 %
uhličitan sodný	25.0 %
bieliace činidlo (monohydrát peroxyboritanu)	50.0 %

## Prípravok 5

metylester kyseliny sírovej	25.0 %
zeolit A	45.0 %
uhličitan sodný	25.0 %
bieliace činidlo (monohydrát peroxyboritanu)	5.0 %

## Prípravok 6

metylester kyseliny sírovej	25.0 %
zeolit A	45.0 %
bieliace činidlo (monohydrát peroxyboritanu)	5.0 %
ďalšie zložky	doplnok do 100 %

## Príklady spôsobov príprav

## Príklad 1

Kyslý MES (metylester kyseliny sírovej) je zahrievaný v peci na 60° C. Zároveň je pripravená zmes práškových zložiek obsahujúca pevné bieliace činidlo (monohydrát peroxyboritanu), suché neutralizačné činidlo (uhličitan sodný) a fluidné kyseliny (zeolit A). Zmes týchto práškov je vložená do mixéra typu Eirich RVO2 (z Maschinenfabrik Gustav Eirich) a zariadenie je zapnuté. Kyslý MES je potom pomaly vlietaný do práškovej zmesi až do vytvorenia vhodných aglomerátov.

## Príklad 2

Metylester kyseliny sírovej je zahrievaný na 60° C vo vhodnej nádobe (napríklad v termostatickom kúpeli). Potom je ku kyseline pridané požadované množstvo pevného bieliaceho činidla a zmes je miešaná až do vzniku dobrej disperzie. Táto zmes je potom naliata do mixéra typu Eirich RVO2, ktorý už obsahoval zmes ostatných práškových zložiek (suché neutralizačné činidlo, fluidné kyseliny, atď.). Mixér je potom zapnutý až do vytvorenia vhodných aglomerátov.

## P A T E N T O V É    N Á R O K Y

1. Spôsob prípravy povrchovo aktívnych aglomerátov obsahujúcich metylester kyseliny sulfónovej so zlepšenými farebnými vlastnosťami, v y z n a č u j ú c i s a t ý m , že zahŕňa: sulfonáciu metylesteru, vyvárať produktu sulfonácie, esterifikáciu uvedeného produktu sulfonácie za vzniku kyslého produktu a aglomeráciu tohoto kyslého produktu uskutočnenú tak, že zároveň alebo tesne pred ňou sa produkt nechá reagovať s pevným bieliacim činidlom.

2. Spôsob prípravy podľa nároku 1, v y z n a č u j ú c i s a t ý m , že uvedený kyslý produkt je neutralizovaný zároveň s alebo po reakcii s pevným bieliacim činidlom.

3. Spôsob prípravy podľa nároku 2, v y z n a č u j ú c i s a t ý m , že uvedený kyslý produkt je neutralizovaný po reakcii s pevným bieliacim činidlom.

4. Spôsob prípravy podľa nároku 1 alebo 2, v y z n a č u j ú c i s a t ý m , že uvedené pevné bieliace činidlo je zo skupiny zahŕňajúcej: peroxyboritan; peroxyuhličitan, výhodne peroxyuhličitan sodný alebo draselný; a organické peroxykyseliny.

5. Spôsob prípravy podľa nárokov 2, 3 alebo 4, v y z n a č u j ú c i s a t ý m , že uvedený kyslý produkt je neutralizovaný suchou neutralizáciou.

6. Spôsob prípravy podľa ktoréhokoľvek z predchádzajúcich nárokov, v y z n a č u j ú c i s a t ý m , že podiel uvedeného bieliaceho činidla je 1 až 200 % hmotnostných vzhlľadom na kyslý produkt, výhodnejšie 10 až 100 % hmotnostných.

7. Spôsob prípravy podľa ktoréhokoľvek z predchádzajúcich nárokov, v y z n a č u j ú c i s a t ý m , že uvedený

kyslý produkt je udržovaný pri teplote 60 až 90° C počas reakcie s pevným bieliacim činidlom.

8. Spôsob prípravy vedúci k zlepšeniu farebných vlastností povrchovo aktívnych aglomerátov obsahujúcich metylester sulfónovej kyseliny, v y z n a č u j ú c i s a t ý m, že zahŕňa stupne:

- 1/ zmiešania kyslého MES s požadovaným množstvom pevného bieliaceho činidla vo forme jemného prachu;
  - 2/ okamžitá reakcia vyššie uvedenej zmesi so suchým neutralizačným činidlom vo vhodnom mixéri/aglomeračnom zariadení;
  - 3/ spracovanie aglomerátov MES s dobrými vlastnosťami voľného toku v aglomeračnom zariadení;
- tým je dovriešená príprava aglomerátov obsahujúcich MES so zlepšenými farebnými vlastnosťami.