

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.

C11D 17/06 (2006.01)

C11D 3/40 (2006.01)



[12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200780014244.3

[43] 公开日 2009年5月6日

[11] 公开号 CN 101426896A

[22] 申请日 2007.4.19

[21] 申请号 200780014244.3

[30] 优先权

[32] 2006.4.20 [33] US [31] 60/793,352

[86] 国际申请 PCT/US2007/066986 2007.4.19

[87] 国际公布 WO2007/124370 英 2007.11.1

[85] 进入国家阶段日期 2008.10.20

[71] 申请人 宝洁公司

地址 美国俄亥俄州

[72] 发明人 P·R·莫特三世

N·P·索默维尔罗伯茨

C·C·格雷汉 J·艾利斯

J·P·E·穆勒 S·N·阿尔加

[74] 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司
代理人 吕彩霞 李炳爱

权利要求书 2 页 说明书 14 页

[54] 发明名称

包含美学颗粒的固体粒状衣物洗涤剂组合物

[57] 摘要

本发明涉及一种固体粒状衣物洗涤剂组合物，所述组合物包含：(a) 约 0.1 重量% 至约 50 重量% 的美学颗粒；并且 (b) 至 100 重量% 的所述固体粒状衣物洗涤剂组合物的其余部分，其中所述美学颗粒的以微米为单位的中值粒度 ($D50_{\text{bead}}$) 与所述固体粒状衣物洗涤剂组合物的其余部分的以微米为单位的中值粒度 ($D50_{\text{base}}$) 的比率大于 2.0 : 1，并且其中所述美学颗粒的相对阻塞起始点 (RJO_{bead}) 小于 9.0。

1. 一种固体粒状衣物洗涤剂组合物，所述组合物包含：

(a) 约 0.1 重量% 至约 50 重量% 的美学颗粒；和

(b) 至 100 重量% 的固体粒状衣物洗涤剂组合物的其余部分，

其中所述美学颗粒的以微米为单位的中值粒度 ($D50_{\text{bead}}$) 与所述固体粒状衣物洗涤剂组合物的其余部分的以微米为单位的中值粒度 ($D50_{\text{base}}$) 的比率大于约 2.0:1，

并且其中所述美学颗粒的相对阻塞起始点 (RJO_{bead}) 小于约 9.0。

2. 如权利要求 1 所述的固体粒状衣物洗涤剂组合物，其中所述固体粒状衣物洗涤剂组合物包含约 0.3 重量% 至约 8 重量% 的美学颗粒，其中所述美学颗粒的以微米为单位的中值粒度 ($D50_{\text{bead}}$) 与所述固体粒状衣物洗涤剂组合物的其余部分的以微米为单位的中值粒度 ($D50_{\text{base}}$) 的比率大于约 3.0:1，并且其中所述美学颗粒的相对阻塞起始点 (RJO_{bead}) 小于约 6.0。

3. 如权利要求 1 所述的固体粒状衣物洗涤剂组合物，其中所述固体粒状衣物洗涤剂组合物具有小于约 6.0 的分离指数 (SI)。

其中所述分离指数 (SI) = $(RJO_{\text{bead}}/V_{\text{base}}) \times |\ln(\rho_{\text{bead}}/\rho_{\text{base}}) - \ln(D50_{\text{bead}} \times AR50_{\text{bead}} / D50_{\text{base}})|$ ，

其中 RJO_{bead} 为所述美学颗粒的相对阻塞起始点，

其中 V_{base} 为所述固体粒状衣物洗涤剂组合物的其余部分的体积部分并且 $= 1.0 - V_{\text{bead}}$ ，

其中 V_{bead} 为所述美学颗粒的体积部分，

其中 ρ_{bead} 为所述美学颗粒的以 g/l 为单位的堆积体积密度，

其中 ρ_{base} 为所述固体粒状衣物洗涤剂组合物的其余部分的以 g/l 为单位的堆积体积密度，

其中 $D50_{\text{bead}}$ 为所述美学颗粒的以微米为单位的中值粒度，

其中 $D50_{\text{base}}$ 为所述固体粒状衣物洗涤剂组合物的其余部分的以微米为单位的中值粒度，并且

其中 $AR50_{\text{bead}}$ 为所述美学颗粒的中值纵横比。

4. 如权利要求 1 所述的固体粒状衣物洗涤剂组合物，其中所述分离指数 (SI) 为约 0.01 至约 4.0。

5. 如权利要求 1 所述的固体粒状衣物洗涤剂组合物，其中 $D50_{\text{bead}}$

/D50_{base} 大于约 2.6。

6. 如权利要求 1 所述的固体粒状衣物洗涤剂组合物, 其中 V_{bead} 在约 0.005 至约 0.2 的范围内。

7. 如权利要求 1 所述的固体粒状衣物洗涤剂组合物, 其中所述美学颗粒在视觉上不同于所述固体粒状衣物洗涤剂的其余部分。

8. 如权利要求 1 所述的固体粒状衣物洗涤剂组合物, 其中所述美学颗粒在形状上基本为球形。

9. 如权利要求 1 所述的固体粒状衣物洗涤剂组合物, 其中所述美学颗粒具有约 1.0 至约 1.2 的中值纵横比。

10. 如权利要求 1 所述的固体粒状衣物洗涤剂组合物, 其中所述美学颗粒包括芯和外层。

11. 如权利要求 1 所述的固体粒状衣物洗涤剂组合物, 其中 $D50_{\text{bead}}$ 在约 800 微米至约 4,000 微米的范围内。

包含美学颗粒的固体粒状衣物洗涤剂组合物

发明领域

本发明涉及一种包含美学颗粒的固体粒状衣物洗涤剂组合物。该美学颗粒在视觉上不同于该组合物的其余部分，并且在处理、运输和储藏过程中不易于离析。

发明背景

消费者喜欢且趋于购买含有色斑点的衣物洗涤剂粉末。出于这个原因，衣物洗涤剂制造商将在视觉上不同于该洗涤剂粉末其余部分的美学颗粒掺入到他们的粒状衣物洗涤剂组合物中。与该洗涤剂粉末的其余部分比较，该美学颗粒越大，消费者就越偏爱。出于这个原因，衣物洗涤剂制造商尝试将最可能大的有色斑点掺入到他们的洗涤剂粉末产品中。然而当掺入的斑点变得太大时，一些问题如不良的流动性和离析会发生。

EP6048142 涉及具有依其所述良好流动特性的分层和圆形附聚物的生产。

发明概述

本发明提供了如权利要求 1 所述的固体粒状衣物洗涤剂组合物。发明人已经发现，通过仔细控制涉及该固体粒状衣物洗涤剂组合物的其余部分的美学颗粒的物理特性，可将该大的美学颗粒掺入到固体粒状衣物洗涤剂组合物中，而该组合物仍保持良好的流动特性并避免离析问题。

发明详述

固体粒状衣物洗涤剂组合物

该固体粒状衣物洗涤剂组合物包含：(a) 0.1 重量% 至 50 重量%，优选 0.5 重量%，或 1 重量% 或 2 重量%，优选至 40 重量%，或至 30 重量%，或至 20 重量%，或至 10 重量%，或至 8 重量%，或至 5 重量% 的美学颗粒；和 (b) 至 100 重量% 的固体粒状衣物洗涤剂组合物

的其余部分。所述美学颗粒和固体粒状衣物洗涤剂组合物的其余部分被更详细地描述如下。

该固体粒状衣物洗涤剂组合物优选具有 8 至 50，优选 10 至 30，并且优选 12 至 20 的相对阻塞起始点(RJO_{产物})。

该固体粒状衣物洗涤剂组合物优选具有小于 6.0，优选小于 5.0，或小于 4.0，或小于 3.0，或小于 2.0，或甚至小于 1.5，并优选不小于 0.01，或不小于 0.1 的离析指数 (SI)。最优选地，该固体粒状衣物洗涤剂组合物具有 0.01 至 4.0 的离析指数 (SI)。该离析指数被更详细地描述如下。

美学颗粒

例如通过使用有色、反射层或其它美学处理，该美学颗粒通常在视觉上不同于固体粒状衣物洗涤剂的其余部分。优选地，该美学颗粒为有色的。优选地，该美学颗粒基本上为球形的。基本球形通常意味着该美学颗粒基本为等轴的，例如优选具有 1.0 至 1.2，或甚至 1.0 至 1.1 的中值纵横比。

该美学颗粒优选地包括芯和外层。该芯优选地具有至少 300 微米，优选至少 1,000 微米的直径。通常该芯包括盐，通常为无机盐如硫酸钠。该芯可包括有机材料，例如烷基多苷。该芯可包括洗涤剂助剂材料，通常选自表面活性剂、助洗剂、香料、聚合物、织物软化组分、酶、漂白剂以及它们的混合物。该层通常包括精细颗粒物质，通常具有小于 30 微米的直径。优选地，微米级的芯直径与被芯包含的细颗粒物质的直径的比率大于 10: 1。通常，经交互作用，优选通过与液体粘合剂的水合作用、固化作用或中和作用，由层所包含的细颗粒物质粘附至芯上。通常，该液体粘合剂包括酸性表面活性剂前体，例如烷基苯磺酸/或硅酸钠。

优选地，该美学颗粒具有 600g/l 至 1,500g/l 范围内的堆积体积密度 (ρ_{bead})。测量该堆积体积密度的方法更详细地描述如下。

优选地，该美学颗粒具有 800 微米至 4,000 微米范围内的中值粒度 ($D_{50_{\text{bead}}}$)。

优选地，该美学颗粒具有的相对阻塞起始点(RJO_{bead})小于 9.0，优选小于 8.0，或小于 7.0，或小于 6.0，优选在 2.0 至 8.0，或在 3.0 至 7.0，或在 4.0 至 6.0 的范围内。测量该相对阻塞起始点的方法更详细地描述

如下。

固体粒状衣物洗涤剂组合物的其余部分

该固体粒状衣物洗涤剂组合物的其余部分通常包含颗粒，该颗粒包含一种或多种以下洗涤剂成分：去污表面活性剂，如阴离子去污表面活性剂、非离子去污表面活性剂、阳离子去污表面活性剂、两性离子去污表面活性剂、两性去污表面活性剂；优选的阴离子去污表面活性剂是直链或支链的 C₈₋₂₄ 烷基苯磺酸盐，优选直链的 C₁₀₋₁₃ 烷基苯磺酸盐，其它优选的阴离子去污表面活性剂是烷氧基化的阴离子去污表面活性剂，如平均烷氧基化度为 1 至 30，优选 1 至 10 的直链或支链、取代或未取代的 C₁₂₋₁₈ 烷基烷氧基化的硫酸盐，更优选平均烷氧基化度为 1 至 10 的直链或支链、取代或未取代的 C₁₂₋₁₈ 烷基乙氧基化物硫酸盐，最优选平均烷氧基化度为 3 至 7 的直链未取代的 C₁₂₋₁₈ 烷基乙氧基化物硫酸盐，其它优选的阴离子去污表面活性剂是烷基硫酸盐、烷基磺酸盐、烷基磷酸盐、烷基膦酸盐、烷基羧酸盐或任何它们的混合物；优选的非离子去污表面活性剂是平均烷氧基化度为 1 至 20，优选 3 至 10 的 C₈₋₁₈ 烷基烷氧基化醇，最优选平均烷氧基化度为 3 至 10 的 C₁₂₋₁₈ 烷基乙氧基化醇；优选的阳离子去污表面活性剂是一-C₆₋₁₈ 烷基一羟乙基二甲基氯化铵，更优选一-C₈₋₁₀ 烷基一羟乙基二甲基氯化铵、一-C₁₀₋₁₂ 烷基一羟乙基二甲基氯化铵和一-C₁₀ 烷基一羟乙基二甲基氯化铵；过氧源，如过碳酸盐和/或过硼酸盐，优选的是过碳酸钠；所述过氧源优选被涂层成分至少部分涂布，优选被涂层成分完全涂布，所述涂层成分例如碳酸盐、硫酸盐、硅酸盐、硼硅酸盐，或混合物，包括它们的混合盐；漂白活化剂，如四乙酰基乙二胺、羟苯磺酸盐漂白活化剂如壬酰羟苯磺酸盐、己内酰胺漂白活化剂、酰亚胺漂白活化剂如 N-壬酰基-N-甲基乙酰胺；预制过氧酸，如 N,N-酞菁基氨基过氧己酸、壬基酰胺过氧己二酸或过氧二苯甲酰；酶，如淀粉酶、糖酶、纤维素酶、漆酶、脂肪酶、氧化酶、过氧化物酶、蛋白酶、果胶酸裂解酶和甘露聚糖酶；抑泡体系，如硅氧烷基抑泡剂；荧光增白剂；光漂白剂；填充剂盐，如硫酸盐，优选硫酸钠；织物软化剂，如粘土、硅氧烷和/或季铵化合物；絮凝剂，如聚环氧乙烷；染料转移抑制剂，如聚乙烯吡咯烷酮、聚 4-乙基吡啶 N-氧化物和/或乙基吡咯烷酮与乙基咪唑的共聚物；织物完整组分，如疏水改性纤维素和

由咪唑和氯环氧丙烷缩合而制得的低聚物；污垢分散剂和污垢抗再沉淀助剂，如烷氧基化聚胺和乙氧基化次乙亚胺聚合物；抗再沉淀组分，如羧甲基纤维素和聚酯；氨基磺酸或其盐；柠檬酸或其盐；碳酸盐源，优选碳酸盐，如碳酸钠和/或重碳酸钠；沸石助剂如沸石 A 和/或沸石 MAP；磷酸盐助洗剂，如三聚磷酸钠；羧化物聚合物，如马来酸和丙烯酸的共聚物；硅酸盐，如硅酸钠；以及它们的混合物。

优选地，该固体粒状衣物洗涤剂组合物的其余部分具有 200g/l 至 1,500g/l 范围内的堆积体积密度(ρ_{base})。

优选地，该固体粒状衣物洗涤剂组合物的其余部分具有 300 微米至 800 微米范围内的中值粒度 ($D50_{\text{base}}$)。

优选地，该固体粒状衣物洗涤剂组合物的其余部分具有 10 至 60 范围内的相对阻塞起始点(RJO_{base})。测量该相对阻塞起始点的方法更详细地描述如下。

离析指数 (SI)

$$\text{离析指数 (SI)} = (RJO_{\text{bead}}/V_{\text{base}}) \times |\ln(\rho_{\text{bead}}/\rho_{\text{base}}) - \ln(D50_{\text{bead}} \times AR50_{\text{bead}}/D50_{\text{base}})|。$$

RJO_{bead} 为美学颗粒的相对阻塞起始点。该相对阻塞起始点更详细地描述如下。

V_{base} 为固体粒状衣物洗涤剂组合物的其余部分的体积部分并且 $= 1.0 - V_{\text{bead}}$ 。 V_{bead} 为美学颗粒的体积部分。该体积部分更详细地描述如下。

ρ_{bead} 为美学颗粒以 g/l 为单位的堆积体积密度。 ρ_{base} 为固体粒状衣物洗涤剂组合物的其余部分以 g/l 为单位的堆积体积密度。该堆积体积密度更详细地描述如下。

$D50_{\text{bead}}$ 为美学颗粒的微米级的中值粒度。 $D50_{\text{base}}$ 为固体粒状衣物洗涤剂组合物的其余部分的微米级的中值粒度。该中值粒度更详细地描述如下。

$AR50_{\text{bead}}$ 为美学颗粒的中值纵横比。该中值纵横比更详细地描述如下。

相对阻塞起始点

该相对阻塞起始点用由 Hanson Research Corporation, Chatsworth, California, USA 提供的 Flodex™ 仪器进行测量。如该测试方法中所用, 术语“加料斗”是指 Flodex™ 仪器的滚筒组合件; 所用术语“孔口”是指用于流动测试中的流动圆盘中心的孔; 所用符号“B”是指用于测试中的流动圆盘中孔口的直径; 并且符号“b”是指无量纲孔口尺寸, 按照孔口直径与在题目为“Flowable Particle Mass Based Cumulative Particle Size Distribution Test”的申请人的测试方法中说明的第 30 个百分位数粒度 (D_{30}) 的比率定义, $b = B / D_{30}$ 。

除以下差异外, Flodex™ 仪器的操作与包含在 Flodex™ 操作手册版本 21-101-000 修订版 C 2004-03 中的指令一致, 所述差异如下:

(a) 在开始测试之前, 将用以收集待测试材料的适合容器放在具有 0.01 克精度的天平上称皮重, 并且随后用该容器以下面的步骤(c) 称量从加料斗排出的颗粒质量。

(b) 样本制备。适当地混合批量样本的颗粒以提供 150ml 松散填充体积的二次样品。适当的样本质量可以如以下描述的题目为“Bulk Density Test” (堆积体积密度测试) 的测试方法中所说明的通过测量其松散填充密度, 并且然后乘以目标体积(150ml)来测定。在每次测试测量开始前, 记录样本的质量 (样本质量)。当测试是非破坏性时, 同一样本可以重复使用。必须排出全部样本例如通过倒置加料斗, 并且然后在每次量度前重新装载。

(c) 从最小的孔口尺寸开始 (通常是 4mm 除非需要更小的孔口), 每个孔口尺寸进行三次重复测量。对于每次量度, 将样本装载到加料斗中, 并且依照如 Flodex™ 操作手册中所描述的程序在打开孔口之前, 使其静置约 30 秒的静置间隔。在至少 60 秒的时间内将样本排放到配衡容器中。在这 60 秒时间以后, 并且一旦流动停止且保持停止 30 秒 (例如, 将不超过 0.1 质量百分比的材料以超过 30 秒的停止间隔排放), 然后测量被排放材料的质量, 关闭孔口, 并且通过将加料斗组合件倒置或移开流动圆盘使加料斗完全倒空。注意: 如果流动停止且然后在 30 秒停止间隔期间重新开始, 那么在接下来的流动中断时停止间隔计时器必须从零重新开始。对于每次量度, 排放量的质量百分比按照下式计算: (排放量的质量百分比) = $100 * (\text{被排放质量}) / (\text{样本质量})$ 。将三次排放量测量的质量百分比的平均值按照与无量纲孔口尺

寸的函数关系绘图($b = B/D_{30}$), 纵坐标为排放量的质量百分比且横坐标为无量纲孔口尺寸。用递增地更大孔口尺寸重复这个过程直到加料斗连续三次排放而没有阻塞, 与在 Flodex™ 操作手册中对“正结果”的每次描述一样。

(d) 然后将被绘成图的数据用线性插值计算以找到相对阻塞起始点(RJO), 其被定义为在平均排放量为 25 质量百分比的位置处无量纲孔口尺寸的值。这在按内推法计算排放量等于 25 质量百分比的位置处由横坐标值(b)确定。如果对于起始孔口排放量的平均质量百分比超过 25%, 然后必须得到具有更小孔口的流动圆盘, 并且从更小孔口开始重复测试。具有更小孔口如 3.5、3.0、2.5 或甚至 2.0mm 的流动圆盘可以作为常用部件得自 Hanson Research Corporation。

堆积体积密度

堆积体积密度通常通过以下的“堆积体积密度测试”方法测量:

用粉末填充 500mL 带刻度的量筒, 测量该样品的重量并以 g/l 为单位计算该粉末的堆积体积密度。

设备:

1. 天平。该天平具有 0.5g 的灵敏度。
2. 带刻度的量筒。该带刻度的量筒具有 500mL 的容量。该量筒应该通过在 20°C 下使用 500g 水, 在 500mL 标记处校准。将该量筒在 500mL 标记处切断并磨光滑。
3. 漏斗。该漏斗为圆柱形椎体, 并具有 110mm 直径的顶部开口, 40mm 直径的底部开口, 并且侧边具有与水平线 76.4° 的斜度。
4. 刮刀。该刮刀为扁平金属片, 该扁平金属片具有至少 1.5 倍带刻度量筒直径的长度。
5. 烧杯。该烧杯具有 600mL 的容量。
6. 塔盘。该塔盘为金属或塑料方形, 为光滑且水平的, 并具有至少 2 倍带刻度量筒直径的侧面长度。
7. 环架。
8. 夹具。
9. 金属门。该金属门为光滑的圆盘, 其直径至少大于漏斗底部开口直径。

条件在 20°C 温度下, $1 \times 10^5 \text{Nm}^{-2}$ 压力和 25% 相对湿度的室内实

施该步骤。

步骤:

1. 使用天平称量该带刻度的量筒，精度靠近 0.5g。放置该带刻度量筒在塔盘中以使该量筒与面向上的开口水平。

2. 在环形夹具上支撑该漏斗，然后将该漏斗固定在环架上使得漏斗的顶部水平并牢固地放置在适当的位置上。调整漏斗的高度使得漏斗的底部位置在带刻度量筒的顶部中心上方 38mm。

3. 支撑该金属门以形成漏斗底部开口的气密封闭。

4. 用 24 小时的旧粉末样品完全地填充该烧杯，并从该漏斗的顶部上方 2cm 高度将该粉末样品倒入至漏斗顶部开口。

5. 将该粉末样品保持在漏斗中 10 秒钟，然后快速并完全地移除金属门以打开漏斗底部开口，并将该粉末样品注入至带刻度的量筒中使得其完全填充该带刻度量筒且形成越顶。除了粉末样品的流动，没有其它外力，例如拍打、移动、接触、摇动等施用于该带刻度的量筒上。这将粉末样品的任何进一步压缩最小化。

6. 将该粉末样品保持在带刻度的量筒中 10 秒钟，然后使用刮刀的扁平边缘仔细移除该越顶以使得带刻度的量筒被准确地充满。除了仔细移除该越顶，没有其它外力，例如拍打、移动、接触、摇动等被施用于该带刻度的量筒上。这将粉末样品的任何进一步压缩最小化。

7. 在没有溢出任何粉末样品的情况下，立即并小心地转移该带刻度量筒至天平上。测定该带刻度量筒和其粉末样品内容物的重量，精度靠近 0.5g。

8. 通过用步骤 7 中测量的带刻度量筒和其粉末样品内容物的重量减去步骤 1 中测量的带刻度量筒的重量，以计算带刻度量筒中粉末样品的重量。

9. 立即用另外两份复制的粉末样品重复步骤 1 至 8。

10. 测定所有的三份粉末样品的平均重量。

11. 通过以 2.0 乘步骤 10 中计算出的平均重量以测定以 g/l 为单位的粉末样品的堆积体积密度。

体积部分

基于按重量百分比计的质量和堆积体积密度计算体积部分。美学颗粒的体积部分 (V_{bead}) = $(\rho_{\text{base}} \times M_{\text{bead}}) / [(\rho_{\text{base}} \times M_{\text{bead}}) + (\rho$

bead \times M_{base})]。固体粒状衣物洗涤剂组合物的其余部分的体积部分 (V_{base}) = $(\rho_{bead} \times M_{base}) / [(\rho_{bead} \times M_{base}) + (\rho_{base} \times M_{bead})]$ ，其中 M_{bead} 为美学颗粒按重量%计的量，并且其中 M_{base} 为固体粒状衣物洗涤剂组合物的其余部分的按重量百分比计的量。 $M_{bead} + M_{base} = 1.0$ 。

中值粒度

通常通过以下的“基于易流动颗粒质量的累积粒度分布测试”方法测量中值粒度：

使用 1989 年 5 月 26 日批准的还带有分析中所用筛目说明书的 ASTM D 502 - 89 “Standard Test Method for particle Size of Soaps and Other Detergents”，实施该测试以测定中值粒径。依照第 7 部分 “Procedure using machine-sieving method”，需要包含美国标准 (ASTM E 11) 筛子 #8 (2360 μm)、#12 (1700 μm)、#16 (1180 μm)、#20 (850 μm)、#30 (600 μm)、#40 (425 μm)、#50 (300 μm)、#70 (212 μm)、#100 (150 μm) 的一套干净干燥的筛子。将上述套筛用于指定的机器筛分方法。适宜的筛子摇动机可得自 W.S. Tyler Company, Mentor, Ohio, U.S.A.。

通过用各个筛子微米尺寸开口对对数的横坐标作图并用累积质量分数 (Q_3) 对线性纵坐标作图，在半对数图上对该数据绘图。一个上述数据表示的实例在 ISO 9276-1:1998, “Representation of results of particle size analysis - Part 1: Graphical Representation” 的图 A.4 中给出。对于本发明的目的而言，该中值粒度 (D_{50}) 被定义为累积质量百分比等于 50% 的点的横坐标值，并通过在 50% 值正上方 (a_{50}) 和下方 (b_{50}) 的数据点之间直线内插来计算，其采用以下公式： $D_{50} = 10^{[\text{Log}(D_{a50}) - (\text{Log}(D_{a50}) - \text{Log}(D_{b50})) \times (Q_{a50} - 50\%) / (Q_{a50} - Q_{b50})]}$ ，其中 Q_{a50} 和 Q_{b50} 分别为在正上方和下方的第 50 个百分率数据的累积质量百分率值；并且 D_{a50} 和 D_{b50} 为对应于这些数据的微米筛目值。

如果第 50 个百分率的值低于最细筛目 (150 μm) 或高于最粗筛目 (2360 μm)，那么在几何累积不大于 1.5 后，附加的筛子必须被加入至该套筛直到该中值降至两个测量的筛目之间。

样品的分布跨度是中值附近颗粒粒度分布的宽度量度。可依照下式进行计算： $\text{跨度} = (D_{84}/D_{50} + D_{50}/D_{16}) / 2$ ，其中 D_{50} 为中值粒度且 D_{84} 和 D_{16} 分别为累积质量百分比保留图上的 16% 和 84% 处的粒度。如果 D_{16} 值低于最细筛目 (150 μm)，则依照下式计算跨度：跨度

$= (D_{84}/D_{50})$ 。如果 D_{84} 值高于最粗筛目(2360 μm)，则依照下式计算跨度：
 跨度 $= (D_{50}/D_{16})$ 。如果该 D_{16} 值低于最细筛目(150 μm) 并且 D_{84} 值高于最粗筛目(2360 μm)，则分布跨度采用最大值 5.7。

此外，样品的第 30 (D_{30}) 个百分率粒度可被测量。第 30 个百分率粒度 (D_{30}) 被定义为累积质量百分比等于 30% 的点的横坐标值，并通过在 30%值的正上方 (a_{30}) 和下方 (b_{30}) 的数据点之间直线内插计算，其采用以下公式： $D_{30} = 10^{[\text{Log}(D_{a30}) - (\text{Log}(D_{a30}) - \text{Log}(D_{b30})) * (Q_{a30} - 30\%) / (Q_{a30} - Q_{b30}))]}$ ，其中 Q_{a30} 和 Q_{b30} 分别为在正上方和下方的第 30 个百分率数据的累积质量百分率值；并且 D_{a30} 和 D_{b30} 为对应于这些数据的微米筛目值。

如果第 30 个百分率的值低于最细筛目(150 μm)，那么在几何累积不大于 1.5 后，附加的筛子必须被加入至该套筛直到第 30 个百分率降至两个测量的筛目之间。

中值纵横比

该颗粒的纵横比被定义为颗粒的长轴直径 (d_{major}) 相对于颗粒的短轴直径 (d_{minor}) 的比率,其中该长轴和短轴直径为矩形的长边和短边,其在该矩形的短边最小化旋转点围绕成颗粒的一个二维图像。通过使用适宜的显微镜技术可获得该二维图像。对于该方法的目的而言,该颗粒区域被定义为二维颗粒图像区域。

为了测定该纵横比分布和中值颗粒纵横比,必须获得和分析适宜数量的代表性二维颗粒图像。对于该测试的目的而言,需要最少 5000 个颗粒图像。为了有利于这些数量颗粒的收集和图像分析,推荐一种自动成像和分析系统。这些系统可得自 Malvern Instruments Ltd., Malvern, Worcestershire, United Kingdom; Beckman Coulter, Inc., Fullerton, California, USA; JM Canty, Inc., Buffalo, New York, USA; Retsch Technology GmbH, Haan, Germany; 和 Sympatec GmbH, Clausthal-Zellerfeld, Germany。

通过用金刚砂水磨可获得颗粒的适宜样本。然后通过图像分析系统处理和分析该样本,以提供包含纵轴和横轴分布的一系列颗粒。按照颗粒的纵轴和横轴比率可计算各个颗粒的纵横比 (AR): $AR = d_{\text{major}} / d_{\text{minor}}$ 。

然后以颗粒纵横比的升序将该系列数据分类,并且按照分类序列

中颗粒区域的当前和计算该累积颗粒区域。对该横轴和对纵轴的累积颗粒区域画出该颗粒纵横比。中值颗粒纵横比 (AR50) 为在累积颗粒区域等于 50% 总颗粒区域分布的点的横坐标值。

实施例

实施例 1

该颗粒包含芯、液体粘合剂和涂层粉末。如下所述，以系列分批混合的方式一起混合这些材料以制造最终 1.4mm 至 2.0mm 尺寸的美学珠粒。

分批 1: 芯材料为筛过的颗粒状硫酸钠，其通过介于 500 微米和 1000 微米之间的筛网分类进行制备。层状粉末为碳酸钠，其用 Retsch ZM200 碾磨以生产小于 30 微米的碾磨材料。该液体粘合剂为烷基苯磺酸。

将 200 克质量的芯颗粒加载到带有塑料片式叶轮的 Kenwood FP520 系列搅拌器中，并且打开搅拌器使装置 #1 加速以在搅拌器中引起离心流动模式。然后执行一系列的二十个连续的分层步骤，或者通过注射器逐滴加入 2 克液体粘合剂，使其在搅拌器中与芯颗粒接触，接下来加入 6.9 克层状粉末，也通过搅拌器的顶部加入，加入更多粘合剂，更多层状粉末等，直到在围绕芯颗粒的层中产品组合物聚集。总共加入 138 克层状粉末。总共将 40 克液体粘合剂加入搅拌器中。

然后将所得的包被颗粒通过 1400 微米和在 850 微米上筛选。需要 200 克作为芯的第二分批。如果不能达到该收率，重复分批 1 以达到总共 200 克的介于 850 微米和 1400 微米之间的分批 1 涂覆材料。

分批 2: 该芯材料为分批 1 涂覆材料。层状粉末为碳酸钠，其用 Retsch ZM200 碾磨以生产小于 30 微米的碾磨材料。该液体粘合剂为烷基苯磺酸。

将 200 克质量的芯颗粒加载到带有塑料片式叶轮的 Kenwood FP520 系列搅拌器中，并且打开搅拌器使装置 #1 加速以在搅拌器中引起离心流动模式。然后执行一系列的十一个连续的分层步骤，或者通过注射器逐滴加入 3 克液体粘合剂，使其在搅拌器中与芯颗粒接触，接下来加入 11.7 克层状粉末，也通过搅拌器的顶部加入，加入更多粘合剂，更多层状粉末等，直到在围绕芯颗粒的层中产品组合物聚集。

总共加入 129 克层状粉末。总共将 33 克液体粘合剂加入到搅拌器中。

然后将所得的包被颗粒通过 1400 微米和在 850 微米上筛选。需要 228 克作为芯的第三分批。如果不能达到该收率，重复分批 1 和 2 以达到总共 228 克的介于 850 微米和 1400 微米间的分批 2 涂覆材料。

分批 3: 该芯材料为分批 2 涂覆材料。层状粉末为碳酸钠，其用 Retsch ZM200 碾磨以生产小于 30 微米的碾磨材料。该液体粘结剂为以 30%活性加入至 lexonyl 橙染料的 2R 硅酸钠溶液预混物，得到以下预混合组合物:

液体预混物 1: 2R 硅酸钠-29.6%w/w, 橙染料-1.4%w/w, 水-69.0%w/w。

将质量 228 克的芯颗粒加载到带有塑料片式叶轮的 Kenwood FP520 系列搅拌器中，并且打开搅拌器使装置 #1 加速以在搅拌器中引起离心流动模式。然后执行一个系列的十个连续的分层步骤，或者通过注射器逐滴加入 5 克液体粘合剂，使其在搅拌器中与芯颗粒接触，接下来加入 18 克层状粉末，也通过搅拌器的顶部加入，加入更多粘合剂，更多层状粉末等，直到在围绕芯颗粒的层中产品组合物聚集。总共加入 180 克层状粉末。总共将 50 克液体粘合剂加入搅拌器中。

然后将所得的包被颗粒通过 2000 微米和在 1400 微米上筛选。所得的颗粒可以非常自由地流动，其具有 5.7 的相对阻塞起始点，具有 1,500 微米的中值粒度，1,049g/l 的堆积体积密度，和 1.1 中值纵横比的绝对球形。

分批组合物总计(%w/w):

材料	分批 1	分批 2	分批 3
硫酸钠	52.9	29.2	14.5
碳酸钠	36.5	55.8	67.1
烷基苯磺酸	10.6	15.0	7.5
液体预混物 1	-	-	10.9
总计 %w/w	100.0	100.0	100.0

实施例 2

掺入以上美学颗粒实例的成品制剂实例

成分*	表 1: 成品制剂(%w/w)						
	(a)	(b)	(c)	(d)	(e)	(f)	(g)
1	1.1	3.2	1.4	0.8	1.0	1.1	4.7
2	20.0	20.0	23.0	23.0	13.5	22.3	22.3
3	38.0	35.9	29.5	28.9	9.4	30.5	26.9
4	0.0	0.0	0.0	0.0	0.3	0.0	0.0
5	7.5	7.5	8.5	8.5	13.0	10.5	10.5
6	1.0	1.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
7	0.0	0.0	4.0	4.0	0.0	0.0	0.0
8	1.0	1.0	3.8	3.8	0.0	1.5	1.5
9	0.9	0.9	0.0	0.0	0.7	0.5	0.5
10	0.0	0.0	0.5	0.5	5.5	1.0	1.0
11	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.1	0.1
12	0.0	0.0	0.0	0.0	1.8	0.0	0.0
13	15.4	15.4	2.0	2.0	20.1	9.0	9.0
14	0.2	0.2	0.2	0.2	0.1	0.1	0.1
15	0.4	0.4	0.5	0.5	0.1	0.4	0.4
16	0.2	0.2	1.0	1.0	0.2	0.4	0.4
17	0.5	0.5	0.0	0.0	0.6	0.0	0.0
18	1.5	1.5	3.0	3.0	2.0	1.4	1.4
19	7.3	7.3	15.6	15.6	16.7	7.2	7.2
20	0.3	0.3	0.5	0.5	1.0	0.3	0.3
21	0.4	0.4	0.5	0.5	0.4	0.2	0.2
22	1.1	1.1	3.4	3.4	5.5	0.9	0.9
23	0.2	0.2	0.1	0.1	0.2	0.2	0.2
24	0.0	0.0	0.0	0.0	1.0	0.1	0.1
25	0.0	0.0	0.0	0.0	0.3	0.0	0.0
26	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	8.5	8.5
27	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.2	0.2
28	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.9	0.9
29	2.8	2.8	2.3	2.3	6.4	2.7	2.7

* 表 1 成分目录: 1)以上实例 1 美学颗粒; 2)碳酸钠; 3)硫酸钠; 4)硅酸钠; 5)

烷基苯磺酸钠; 6)牛油烷基硫酸盐; 7)烷基乙氧基硫酸钠; 8)丙烯酸-马来酸共聚物钠盐; 9)阳离子去污表面活性剂; 10)非离子去污表面活性剂; 11)荧光增白剂; 12)羧甲基纤维素; 13)硅铝酸钠, 沸石结构; 14)乙二胺二琥珀酸; 15)MgSO₄; 16)羟乙烷二(亚甲基膦酸); 17)皂; 18)柠檬酸; 19)过碳酸钠(具有12%至15%活性 AvOx); 20)酶; 21)抑泡剂附聚物(11.5%活性物质); 22)TAED附聚物(92%活性 TAED, 5%羧甲基纤维素); 23)光漂白颗粒(1%活性物质); 24)疏水改性纤维素材料; 25)污渍释放聚合物; 26)膨润土; 27)聚乙烯氧化物絮凝剂; 28)硅油; 29)水分和原料副产物。

实施例 3: 在实施例 2 中详述的组合物的物理特征

物理特征	表 2: 成品制剂 (%w/w)						
	(a)	(b)	(c)	(d)	(e)	(f)	(g)
ρ_{bead}	1049	1049	1049	1049	1049	1049	1049
ρ_{base}	613	613	613	613	850	613	613
$\rho_{\text{bead}}/\rho_{\text{base}}$	1.71	1.71	1.71	1.71	1.23	1.71	1.71
D50 _{bead}	1500	1500	1500	1500	1500	1500	1500
D50 _{base}	500	500	500	500	700	500	500
D50 _{bead} /D50 _{base}	3	3	3	3	2.14	3	3
AR50 _{bead}	1.1	1.1	1.1	1.1	1.1	1.1	1.1
RJO _{bead}	5.7	5.7	5.7	5.7	5.7	5.7	5.7
RJO _{base}	27	27	27	27	18	27	27
V _{bead}	0.6%	1.9%	0.8%	0.5%	0.8%	0.6%	2.8%
V _{base}	99.4%	98.1%	99.2%	99.5%	99.2%	99.4%	97.2%
SI	3.77	3.82	3.77	3.76	3.72	3.77	3.85

在发明详述中引用的所有文件都在相关部分中以引用方式并入本文中。对于任何文件的引用不应当解释为承认其是有关本发明的现有技术。当本发明中术语的任何含义或定义与以引入方式并入的文件中术语的任何含义或定义矛盾时,应当服从在本发明中赋予该术语的含义或定义。

虽然已经举例说明和描述了本发明的具体实施方案,但是对于本

领域技术人员来说显而易见的是，在不背离本发明实质和范围的情况下可以做出多个其他改变和变型。因此，权利要求书意欲包括在本发明范围内的所有这样的改变和变型。