



[12] 发明专利说明书

[21] ZL 专利号 90106538.2

[51]Int.Cl⁵

C11D 11/00

[45]授权公告日 1995 年 2 月 15 日

[24]颁证日 94.10.9

[21]申请号 90106538.2

[22]申请日 90.6.29

[30]优先权

[32]89.6.29 [33]US[31]373,376

[73]专利权人 普罗格特-甘布尔公司

地址 美国俄亥俄州

[72]发明人 托德·布赖恩·戴维逊

弗兰克·约瑟夫·梅勒

B05D 1/06

[74]专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

代理人 马崇德

说明书页数:

附图页数:

[54]发明名称 洗涤剂颗粒的静电裹复

[57]摘要

一种制作带裹复的洗涤剂颗粒的方法,即先制作洗涤剂颗粒,然后利用静电起电和传递装置将精细粉末均匀分布在洗涤剂颗粒表面。在裹复静电粒子期间,洗涤剂颗粒最好是粘性的(热和/或粘性的)并且自由下落。根据本方法制作的洗涤剂颗粒也包括在内。

权 利 要 求 书

1. 一种制造带裹复的洗涤剂颗粒的方法，包括以下步骤：

a) 制作洗涤剂颗粒；以及其特征步骤

b) 利用静电起电和传递装置将平均颗粒直径小于150 微米的精细粉末均匀分布在所说的洗涤剂颗粒表面上，其中所述洗涤剂颗粒含有约10-20% (重量) 的水，以便使上述精细粉末附着在上述湿的洗涤剂颗粒上，甚至在静电消散后仍能附着。

2. 根据权利要求 1 中所述的方法，其中所说的湿的洗涤剂颗粒含有占重量大约为12-15%的水。

3. 根据权利要求 2 中所述的方法，还包括在均匀地分布所说的精细粉末于所说的洗涤剂颗粒上之前，配布大约占重量0.5-5%的非离子型表面活性剂于上述洗涤剂颗粒表面上。

4. 根据权利要求 1 中所述的方法，其中所说的静电起电和传递装置是一个静电粉末喷枪。

5. 根据权利要求 4 中所述的方法，它还包括在所说的静电粉末喷枪中使所说的精细粉末带电，然后从所说的静电粉末喷枪中喷射所说的带电精细粉末到所说的洗涤剂颗粒上。

6. 根据权利要求 5 中所述的方法，所说的洗涤剂颗粒包括占重量0.3-3.0%的非离子表面活性剂，并当被由所说的静电粉末喷枪发出的所说的精细粉末喷射时，其自由落下。

7. 根据权利要求 6 中所述的方法，它还包括当所说的带电精细粉末喷射到所说的洗涤剂颗粒上时，在旋转混合圆筒内旋转所说的洗涤剂颗粒或使其落入一个斜槽里。

8. 根据权利要求 1 中所述的方法，其中所说的洗涤剂颗粒的粒子

直径范围大约为100 到1700微米。

9. 根据权利要求 1 中所述的方法，其中所说的精细粉末平均粒子直径小于约25微米。

10. 根据权利要求 1 中所述的方法，其中所说的精细粉末是硅铝酸钠。

11. 根据权利要求10中所述的方法，利用所说的静电起电和传递装置将大约占洗涤剂颗粒重量2-10% 的所说的硅铝酸钠均匀分布到所说的洗涤剂颗粒的表面上。

12. 根据权利要求11中所述的方法，其中所说的洗涤剂颗粒含占重量5-75% 的洗涤剂表面活性剂，它是从阴离子型、非离子型、两性离子型、两性的和阳离子型表面活性剂及它们的混合物中选择的。

13. 根据权利要求12中所述的方法，其中所说的洗涤剂颗粒还含有大约占重量5-75% 的助洗剂，它是从水溶性的，碱金属、铵或取代铵的磷酸盐、多磷酸盐、膦酸盐、多膦酸盐、碳酸盐、硅酸盐、硼酸盐、多羟基磺酸盐、多乙酸盐、羧酸盐，和多羧酸盐的组合中选择的。

洗涤剂颗粒的静电裹复

本发明介绍了静电裹复的洗涤剂颗粒。更准确地说，介绍了一种制作带裹复的洗涤剂颗粒的方法，它包括首先制作洗涤剂颗粒，然后利用静电起电和传递装置将精细粉末均匀分布在洗涤剂颗粒表面。本发明还介绍了按该方法制作的洗涤剂颗粒。

静电学是研究电荷吸引和排斥现象的一门物理学分支学科。静电装置已用来增强裹复的效果，例如，对洗衣机、桌子和汽车之类的金属制品的喷涂。

利用静电传递装置，在导电物体上添加各种粉末裹复合成剂，已在1981年10月15日公开的Weigel的3014226号德国OLS专利申请中介绍(粉末漆和一种无颜料的粉末漆混合形成的“固体混合物”，被静电地涂复于导电物体上，以提高抗外部影响的涂膜特性)，同时还在1973年3月24日公开的Sakai等人的公开号48—9472的日本专利上介绍过(用于金属物品静电涂复的粉末合成剂，其含有与N取代基磺胺相混合的聚酰胺)。

在静电粉末涂复过程中，得到静电电荷的粉末随后被传递到所要涂复的物体上。物体应保持接地电位，由于接地的物体和带电的粉末之间的吸引力，粉末被裹复于该物体上。在一种静电粉末喷枪内，粉末被压缩空气推动通过中央通道。中央通道装有电极使其周围的空气电离。通过电极的粉末需要这些电离电荷。带电粉末然后

从枪中射出，在所要涂复的物体区域内，通常呈园锥形喷射状。

1988年10月25日公开的Cobbs等人的4780331号美国专利中介绍了一种通过静电感应使粉末粒子带电的方法和设备。还可参阅1983年4月19日公开的Hollstein等人的4380320号美国专利(静电喷射枪的喷嘴装置)。

静电学被用于工业涂层加工。用于一次涂复一相对较大物体，例如毂盖、金属桌及箱类。通常采用的粉末涂复材料诸如环氧树脂、聚酯和瓷料。所说的应用粉末涂复的物体通常是接地的，金属的，较大的，单个物体，而不是单独的，小的，不接地的，非金属颗粒的。

将精细粉末裹复于颗粒洗涤合成物上，以提高洗涤剂的流动性和减少成团和结块，这是已知的。可参阅1975年2月25日公开的，Mazzola等人的3868336号美国专利(从外部加入精细的流动助增剂作用于热且干燥的洗涤合成剂以防结块)；及86-333245号日本专利(颗粒洗涤合成剂制备通过(a)混合某些洗涤剂成分，(b)碾碎这些固体混合物，和(c)用不溶于水的，基本颗粒大小不超过10微米的精细粉末裹复碾碎的混合物)；还可参阅62-45696号日本专利(由一种洗涤剂组分混合物的研碎制品构成的颗粒洗涤合成剂，其裹复有不溶于水的，平均颗粒大小不超过10微米的并包含其它特定洗涤剂组分的精细粉末)。

1977年6月7日公开的，Millar等人的4027366号美国专利公开了一种在一个基面上，利用静电一次形成多层涂复的方法。一种粉末混合物用作涂复成份。至少一种粉末是一种薄膜状的不导电的聚合物。将粉末状的合成物用于导电基层上，该基层呈电中性或具有

与涂复的粉末粒子所带电荷相反的电荷。根据Millar等人的介绍，由于接触或经过一段适当时间的静电起电，粉末随后分成多层并吸附到基面上，直到至少一层粉末能够固化或熔凝以形成精细的涂复层。

硅铝酸盐或沸石特别适用于作为裹复洗涤剂颗粒的精细粉末。一系列的Wixon专利介绍了强功能洗衣剂，其内部及表面都含有非离子型洗涤剂颗粒，更小的离子交换沸石粒子裹复在颗粒表面。各种这类强功能洗衣剂及其制造方法已公开。参阅Wixon的1981年2月3日公开的4248911号美国专利；1981年4月7日公开的4260651号美国专利；1982年7月13日公开的4339335号美国专利；1982年8月31日公开的4347152号美国专利；1983年10月25日公开的4411809号美国专利；1987年5月19日公开的4666738号和1987年5月19日公开的4666740号美国专利。

简而言之，虽然用精细粉末裹复洗涤剂颗粒是已知的，直接法可提供更有效的裹复(减少灰尘、较少的粉末再循环，较少的粉末需要量)和较好的效果(均匀分布在颗粒表面上)。而利用静电原理，将精细粉末裹复于小的，大量的，不接地的，非金属粒子，例如洗涤剂颗粒，则是未知的。

本发明介绍一种制造带裹复的洗涤剂颗粒的方法，它包括制作洗涤剂颗粒，然后用静电起电和传递装置将精细粉末均匀分布在洗涤剂颗粒表面上。它还介绍了根据本方法制作的洗涤剂颗粒。

本发明介绍了一种带裹复的洗涤剂颗粒的制作方法及根据本方法制得的洗涤剂颗粒。本方法包括制作洗涤剂颗粒，然后利用静电起电和传递装置将精细粉末均匀分布在洗涤剂颗粒表面上。

A、制作洗涤剂颗粒

在本方法中，有各种制作将被精细粉末裹复的洗涤剂颗粒的方式。高活化的洗涤剂表面活性剂和/或助洗剂颗粒都是适宜的。可按照1989年7月9日Jolicoeur申请的，申请号364725尚待批准的美国专利制作。这类洗涤剂颗粒制作如下：将含有表面活性剂和/或水溶性的有机聚合物和/或助洗剂的合成物做成面团状，然后通过面团中掺入去聚结剂，按高剪切率使其颗粒化。去聚结剂是平均粒子大小低于大约200微米的精细粉末，最优的是硅铝酸钠。表面活性剂可以是两性离子型的，阳离子型的，两性的和/或非离子型的。水溶性有机聚合物可以是分子量大约在4000到100000之间的聚丙烯酸酯聚合物和/或分子量大约2000到50000的聚乙二醇。助洗剂可以是磷酸盐，碳酸盐，硅酸盐， C_{10-18} 脂肪酸、聚羧酸盐或其混合物。

根据Muelle等人1989年6月9日申请的，申请号为364.721的尚待批准的美国专利中介绍的方法制得的高活性洗涤剂颗粒用在这里也是合适的。这类洗涤剂颗粒制造通过(a)在连续中和装置里一种烷基硫酸和/或烷基苯磺酸与一种碱金属氢氧化物溶液反应，(b)向装置中添加分子量大约4000到50000的聚乙二醇和/或某些乙氧基化非离子型表面活性剂，和(c)制成洗涤剂颗粒。碱金属氢氧化物溶液大于或等于氢氧化物重量的62%，并且中和产物小于或等于水的重量的12%。

通过喷雾干燥制得的洗涤剂颗粒是较宜采用的。为了喷雾干燥，洗涤剂的成分例如表面活性剂和助洗剂，常规是在混合箱中混合形成浆料，该浆料随后在喷射干燥塔中被喷成雾状，这实际上减少了湿度。参阅1971年12月28日公布的Davis等人的3629951号和3629955号

两个美国专利。

这里所采用的洗涤剂颗粒包括洗涤剂表面活性剂和/或助洗剂。

1、洗涤剂表面活性剂

这里使用的洗涤剂表面活性剂是从阴离子型的，非离子型的，两性离子型的，两性的和阳离子型的各类及其混合物中选择出来的。这种活性剂记录在1972年5月23日公开的Norris的3664961号美国专利中，和1975年12月30日公开的Laughlin等人的3919678号美国专利中，可供参考。所用的阳离子表面活性剂还包括1980年9月16日公开的Cockrell的4222905号美国专利中，1980年12月16日公开的Murphy的4239659号美国专利中所介绍的，可供参考。表面活性剂中，阴离子型的和非离子型的较宜采用，且阴离子型的最适宜。

以下将给出在现有颗粒中使用的洗涤剂表面活性剂的代表例：

高级脂肪酸的水溶性盐类，即“肥皂”是这些成分中常用的阴离子型表面活性剂。肥皂包括碱金属肥皂，例如含有大约8到24个碳原子，最好是含12个到18个碳原子的高级脂肪酸的钠、钾、铵和醇胺盐类。肥皂可以通常脂肪和油类的直接皂化或通过中和游离脂肪酸来制作。

尤其常用的是从椰子油和牛脂中所得到的脂肪酸混合物的钠和钾盐，即牛脂钠或钾及椰子肥皂。

常用的阴离子表面活性剂还包括有机硫反应生成的水溶性盐类，最好是碱金属、铵和醇胺盐类，其分子结构中有一个含10到20个碳原子的烷基部分和一个硫酸或硫酸酯基（酰基团的烷基部分包含在词“烷基”中）。

人工合成的表面活性剂的这种基的例子是：烷基硫酸钠、钾和

烷基苯磺酸钠、钾，特别是通过硫酸化高级醇(含 C_{12-18} 碳原子的)，例如通过提炼牛酯或椰子油的甘油酯而得到的那些；以及烷基苯磺酸钠、钾，其直链或支链结构中的烷基包含10—16个碳原子，可参见美国2,220,099号以及2,477,383号专利。特别值得注意的是线性直链烷基苯磺酸盐，其中烷基的平均碳原子数为11至14，缩写为 C_{11-14} LAS。

尤其优先的是 C_{10-16} 直链烷基苯磺酸盐和 C_{10-18} 烷基磺酸盐的一种混合物。钠 C_{10-16} (最好为 C_{11-14})LAS与钠 C_{12-18} (最好为 C_{14-16})烷基磺酸盐按重量的比率应在50:50和80:20之间，最好是70:30。

其它的阴离子型表面活性剂是钠烷基甘油醚磺酸盐，特别是那些从牛脂和椰子油中所获得的高级醇的醚类；钠椰子油脂肪酸单酸甘油酯磺酸盐和硫酸盐；烷基苯酚环氧乙烷醚硫酸钠或钾的盐类，其每个分子中包含大约1至10个环氧乙烷单位，而且其中的烷基包含8到12个碳原子；还有烷基环氧乙烷醚硫酸钠或钾盐，其每个分子中包含1—10个环氧乙烷单位，而且其中的烷基包含10到20个碳原子。

其它有效的阴离子型表面活性剂包括： α -磺化脂肪酸酯的水溶性盐类，其脂肪酸基中，包含6到20个碳原子，而在酯基中包含1到10个碳原子；2-酰氧基烷烃-1-磺酸的水溶性盐类，其酰基中包含2到9个碳原子，而烷烃部分包含9到23个碳原子；烯烃和链烷烃磺酸酯的水溶性盐，其包含12到20个碳原子；以及 β -烷氧基烷烃磺酸盐，其烷基中包含1到3个碳原子，且在烷烃部分中包含8到20个碳原子。

水溶性非离子表面活性剂也适用于速溶 (instant) 洗涤剂颗粒。这种非离子型材料包括通过缩合烯化氧基 (实际上是亲水的) 和一种有机疏水化合物 (实际上可以是脂肪族化合物或烷基芳香剂) 而得到的化合物。同任何特定的疏水基缩合的聚氧化烯基的长度应能易于调整, 以便产生一种水溶性化合物, 其具有所要求的亲水和疏水因素间的平衡度。

适宜的非离子型表面活性剂包括烷基苯酚的聚环氧乙烷缩合物, 例如, 烷基苯酚缩合物在直链或支链结构中具有一个含6到15个碳原子的烷基, 每摩尔烷基苯酚对应3到12摩尔的环氧乙烷。

还包括水溶性和水可分散的脂肪醇缩合物, 该脂肪醇化直链或在支链结构中包含大约8至22个碳原子, 每摩尔醇对应3到12摩尔的环氧乙烷。

半极性非离子型表面活性剂包括水溶性的胺氧化物, 其包括一个由10到18个碳原子组成的烷基部分, 以及由大约1到3个碳原子组成的烷基和羟烷基中选择出来的两个部分; 水溶性的氧化磷, 其包括一个由大约10到18个碳原子组成的烷基部分, 以及由含大约1到3个碳原子组成的烷基和羟烷基中选择出来的两个部分; 和水溶性的亚砷, 其包括一个含大约10到18个碳原子的烷基部分, 和从含1到3个碳原子的烷基和羟烷基中选择出来的一个部分。

优先采用的非离子型表面活性剂的通式是 $R^1(OC_2H_4)_nOH$, 其中 R^1 是一个 $C_{10}-C_{16}$ 烷基或一个 C_8-C_{12} 烷基苯基, n 为大约3到80。

特别优先采用的是每摩尔醇对应大约5到20摩尔环氧乙烷的 $C_{12}-C_{15}$ 醇的缩合物, 例如, $C_{12}-C_{13}$ 醇缩合物, 每摩尔醇对应6.5摩尔环氧乙烷。

两性的表面活性剂包括脂肪族的衍生物或杂环的仲胺和叔胺的脂肪族的衍生物，在杂环的仲胺和叔胺中的脂肪族部分可能是直链或支链，其中一种脂肪族取代基包含大约8到18个碳原子并且至少一种脂肪族取代基包含一个阴离子型的水增溶基。

两性离子型表面活性剂包括脂肪族的、季铵、磷和硫化合物，在化合物中，一种脂肪族取代基包含大约8到18个碳原子。

阳离子表面活性剂也可包括在本洗涤剂颗粒中。阳离子表面活性剂包括广泛的各种各样的化合物，其特征为阳离子中有一个或几个有机疏水基以及与一酸根相连的四价氮。五价氮环化合物也被认为是四价氮化合物。卤化物，硫酸二甲酯和氢氧化物都是适合的。当洗涤液的PH值小于8.5时，叔胺可能具有相似于阳离子表面活性剂的特性。这里所说的这些或其它阳离子表面活性剂的更完整的披露可在1980年10月14日公开的Cambre的4228044号美国专利中查到，以供参考。

阳离子表面活性剂经常用于具有织物软化和/或抗静电功能的洗涤合成物中。这里优先采用的具有软化功能的抗静电剂为季盐类，在1976年2月3日公开的Baskerville, Jr等人的3936537号美国专利中已作介绍，可供参考。

2、助洗剂

助洗剂一般选自各种各样的水溶性的，碱金属，铵或取代铵的磷酸盐，聚磷酸盐，膦酸盐，聚膦酸盐，碳酸盐，硅酸盐，硼酸盐，聚羟基磺酸盐，聚乙酸盐，羧酸盐，聚羧酸盐。优先采用的是上述碱金属的，特别是钠的盐类。

这里所优先采用的是磷酸盐，碳酸盐，硅酸盐，C₁₀₋₁₈脂

肪酸，聚羧酸盐及它们的混合物。更优先的是三磷酸钠，焦磷酸四钠，柠檬酸盐，酒石酸盐，单和双琥珀酸盐，硅酸钠及它们的混合物(如下所示)。

无机磷酸盐助洗剂的特例是三磷酸钠和钾，焦磷酸盐，聚合度大约从6到21的聚合偏磷酸盐，和正磷酸盐。聚磷酸盐助洗剂的例子是二磷酸乙烯的钠、钾盐类，乙烷1-羟基-1,1-二磷酸的钠、钾盐类，以及乙烷1,1,2-三磷酸的钠、钾盐类。其它磷助洗剂化合物在3159581；3,213,030；3422021；3422137；3400176和3400148号美国专利中均有介绍，可供参考。

非磷无机盐助洗剂的例子是钠和钾的碳酸盐、重碳酸盐、倍半碳酸盐、四硼酸盐十水合物，以及二氧化硅对碱金属氧化物重量比为大约0.5到4.0，优先为1.0到2.4的硅酸盐。

这里采用的水溶性的非磷有机助洗剂包括各种碱金属，铵和取代铵的聚乙酸盐，羧酸盐，聚羧酸盐，多羟基磺酸盐。

聚乙酸盐和聚羧酸盐助洗剂的例子是乙二胺四乙酸、次氮基三乙酸、氧联二琥珀酸、苯六甲酸、苯多甲酸和柠檬酸的钠、钾、锂、铵和取代铵的各种盐类。

聚合羧酸盐助洗剂在1967年3月7日公开的Diehl的3308067号美国专利中介绍，可供参考。这种材料包括脂肪族羧酸(例如马来酸、衣康酸、中康酸、富马酸、乌头酸、柠康酸和亚甲基丙二酸)的高和共聚物的水溶性盐类。

此外，这里所采用的其它助洗剂包括钠和钾的羧基甲基氧基丙二酸盐、羧基甲基氧丁二酸盐、顺一环己烷六羧酸盐、顺一环戊烷四羧酸盐、间苯三酚三磺酸盐和带有乙烯基甲基醚或乙烯的马来酞

的高聚物。

其它适用的聚羧酸盐是Crutchfield等人的1979年3月13日公开的4144226号美国专利和1979年3月27日公开的4246495号美国专利中介绍的聚缩醛羧酸盐，可供参考。这些聚缩醛羧酸盐可通过在聚合环境中汇合二羟乙酸酯和聚合反应引发剂制得。制成的聚缩醛羧酸酯随后被加到化学稳定的末端基上以稳定聚缩醛羧酸盐，抑制在碱溶液中的解聚作用，转换成相应的盐，并添加到洗涤剂合成物。

特别优先采用的聚羧酸盐助洗剂是醚羧酸盐助洗剂合成物，包含酒石酸单琥珀酸盐与酒石酸双琥珀酸盐的混合物，在1987年5月5日公开的Bush等人的4663071号美国专利中已介绍，可供参考。

用于速溶(instant)洗涤剂颗粒的水溶性硅酸盐固体通式为 $\text{SiO}_2 \cdot \text{M}_2\text{O}$ ，M是碱金属， $\text{SiO}_2 : \text{M}_2\text{O}$ 的重量比大约从0.5到4.0。

3、附加成分

这些洗涤剂颗粒可从洗涤剂合成物成份中选择，诸如，漂白剂、漂白活性剂，泡沫助增剂或泡沫抑制剂，防失光泽和防腐蚀剂，污垢悬浮剂，污垢脱落剂，杀菌剂，PH调节剂，非助洗剂碱性离子源、螯合剂，绿土，酶，酶稳定剂和香料。参阅1976年2月3日公开的Baskerville, Jr等人的3936537号美国专利。漂白剂和活性剂均在1983年11月1日公开的Chung等人的4412934号美国专利中，在1984年11月20日公开的Hartman的4483781号美国专利中予以介绍，可供参考。

螯合剂还在Bush等人的4663071号美国专利中从第17纵行第54行到第18纵行第68行中予以介绍，可供参考。泡沫调节剂也是可供选择的成分，在1976年1月20日公开的Bartoletta等人的3933672号美国专利，在1979年1月23日公开的Gault等人的4136045号美国专利中均予介绍，可供参考。

适宜的是洗涤剂颗粒包含占重量5—75%，最好是10%到50%的洗涤剂表面活性剂，该表面活性剂是从阴离子型，非离子型，两性离子型，两性的和阳离子型表面活性剂及其混合物中选择出来的。洗涤剂颗粒最好含有占重量5—75%的助洗剂，该助洗剂是从水溶性的，碱金属，铵或取代铵的磷酸盐，聚磷酸盐，膦酸盐，聚膦酸盐，碳酸盐，硅酸盐，硼酸盐，多羟基磺酸盐，聚乙酸盐，羧酸盐和聚羧酸盐中选择出来的。

较适宜的洗涤剂颗粒粒子直径范围在100—1700微米之间。平均粒子大小约为400—1200微米，最好为600—1000微米。为了保证这些粒子大小范围，过细和过粗的颗粒一般都被筛出。

B、粘接性的颗粒

洗涤剂颗粒应具有足够的粘接性，使得即使在由静电起电和传递装置所产生的静电电荷消失以后，精细粉末还附着在洗涤剂颗粒上。这种电荷一般在使用过程中的几小时内消失。为了具有粘性，在加工过程中，洗涤剂颗粒应是热的和/或粘性的(潮湿)。粘度可以调节，例如，在生产颗粒的过程中或产生完毕以后，在颗粒内部或外部，增加水的量和/或添加非离子型表面活性剂。然而，并不希望颗粒太粘以致成团。

直接法中，还包括当用静电起电和传递装置将精细粉末均匀分布在洗涤剂颗粒表面时，应使洗涤剂颗粒温度保持在65℃—105℃之间，最好是80℃—95℃之间。热的颗粒具有足够的粘性，使得带静电的精细粉末在静电电荷消失后仍保持附着于颗粒表面。

另一种选择是使洗涤剂颗粒在添加精细粉末时保持热的和粘性的。该颗粒包含占重量2—20%最好为4—16%的水且温度为80℃—95

°C之间。

另一种较宜采用的方法是使该洗涤剂颗粒包含占重量大约10—20%最好为12—15%的水，使得即使在静电电荷消失以后，精细粉末还吸附在洗涤剂颗粒上。

最宜采用的是使该洗涤剂颗粒包含足够的非离子型表面活性剂，使得即使在静电电荷消失之后，在环境温度大约7°C—38°C的情况下精细粉末还附着在洗涤剂颗粒上。非离子型表面活性剂最好占重量的0.5-3%。

最宜采用的方法是：在均匀分布精细粉末于洗涤剂颗粒上之前，将大约占重量0.5—5%，最好为1—2%的非离子型表面活性剂分布在洗涤剂颗粒表面上。这是介于生产洗涤剂颗粒和由静电原理添加精细粉末之间的中间步骤。分布非离子型表面活性剂的优先方法是当上述洗涤剂颗粒在旋转混合筒中翻滚时，将表面活性剂喷到颗粒上。随后可将处理过的非离子型的颗粒放入一个干净的旋转混合筒中，以便进行静电处理。

分布在洗涤剂颗粒表面上的（优先采用）或混合掺入颗粒内部的非离子型表面活性剂，在数量上应足够吸附静电处理过的粉末，且在下面部份介绍时称为上述“洗涤剂表面活性剂”。为此目的，优先采用的非离子型表面活性剂是含有8到22个碳原子的脂肪醇或是含有6到15个碳原子的烷基的烷基酚，在直链或支链结构中，每摩尔醇带有3至12个摩尔环氧乙烷。较宜采用的是 C_{12-18} 聚乙氧基醇化物(E_{3-12})。最宜采用的是烷基乙氧基椰油化物(E_6)。

C、分布精细粉末

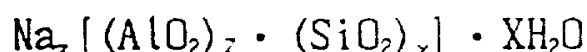
在制作洗涤剂颗粒和利用可供选择方法使其成为热的和/或粘

性的以后，利用静电起电和传递装置，精细粉末被均匀地分布在洗涤剂颗粒表面。

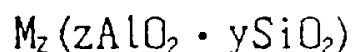
较宜采用的精细粉末的平均颗粒直径小于150微米，逐级优先采用的分别为小于50微米，小于25微米，最宜采用的为小于10微米。

较宜采用的精细粉末是从含有硅铝酸盐，粉末三聚磷酸盐，粉末焦磷酸盐，柠檬酸盐，粉末碳酸盐，硫酸盐及它们的混合物的物质基中选择出来的。更宜采用的精细粉末是从含有硅铝酸钠，粉末三聚磷酸钠，粉末焦磷酸四钠及它们的混合物的物质基中选择出来的。最宜采用的是硅铝酸钠（沸石）。

最优先采用的精细粉末是一种不溶水的结晶或非结晶硅铝酸盐离子交换材料。优先采用的结晶的通式是



其中Z和Y至少是6，Z与Y的摩尔比大约是1.0到0.5，X大约从10到264。这里采用的非结晶的水合硅铝酸盐材料的经验通式是



其中M是钠，钾，铵或取代铵，Z大约为0.5到2，Y为1，所说的材料每克无水硅铝酸盐具有至少大约50毫克当量的碳酸钙无机盐的镁离子交换能力。

在本方法中，较好的是大约占重量0.5—20%的精细粉末均匀裹复在洗涤剂颗粒的表面上。更好的是占重量2—10%，最优的是占重量3—6%的硅铝酸钠，在本方法中利用静电起电和传递装置被均匀裹复在洗涤剂颗粒表面上。

精细粉末对于本特定静电起电和传递系统应该是适用的。

D、静电装置

精细粉末通过利用静电起电和传递装置被均匀裹复在洗涤剂颗粒表面上。1988年10月25日公开的Cobbs. Jr等人的4780331号美国专利公开了一种特殊的方法和设备使粉末粒子通过静电感应带电。一般的静电起电装置都装有电极，它可使其周围的空气电离。精细粉末经过这些电极并得到电离电荷。随后这些粉末被分布到洗涤剂颗粒表面。由于静电电荷的作用，粉末被吸引并均匀分布在洗涤剂颗粒的表面。这并不需要使洗涤剂颗粒带电。洗涤剂颗粒不需要接地，但是装纳颗粒的物体，较好的为旋转混合筒则应接地或涂复聚乙烯，以利安全。当粉末添加期间，洗涤剂颗粒是粘性的，这就省却了使粉末保持长时间附着而必须的固化或熔凝步骤。

这里优先采用的静电装置是一个静电粉末喷枪。1983年4月19日公开的Hollstein等人的4380320号美国专利中介绍了一种静电粉末喷枪，可供参考。这一步骤是首先在静电粉末喷枪中使精细粉末带电，然后从该喷枪中将精细粉末喷射到洗涤剂颗粒上。

这里，最宜采用的静电粉末喷枪有3个部分：一个重力供料仓，一个控制台和枪本身。精细粉末被装入重力供料仓。控制台控制调节流动速度，流态速度，雾化速度和电平。根据常用的粉末类型，控制速度设定值，以便得到最佳效果。精细粉末从重力供料仓被引导到喷枪的中心通道。压缩空气强迫粉末通过通道，并且当操作者按下枪上的开关时，使粉末获得静电电荷，带电的粉末从枪中呈园锥形喷雾状射出。

静电粉末喷枪最好被安装在一个旋转混合园筒上。枪的喷嘴最好通过一开口部分伸入园筒。当带电的粉末粒子云从枪中射出时，洗涤剂颗粒最好是自由落下。带电的粉末粒子被洗涤剂颗粒吸附并

被均匀分布在颗粒表面上。任何其他即使颗粒停留在带电粉末粒子区域内的方法均可采用；例如，当用带电精细粉末喷射洗涤剂颗粒时，使颗粒下落到一斜槽中。旋转混合园筒或斜槽应当接地或用聚乙烯涂复，以保证足以减少火灾和安全事故。

利用静电原理将精细粉末均匀裹复在洗涤剂颗粒上，使其可以自由流动而不结块，相对于传统的混合法，其具有如下优点：

(a) 均匀地完全裹复颗粒，

(b) 需要较少的精细粉末，

(c) 减少灰尘和较少的粉末再循环，和

(d) 由于颗粒是粘性的，使精细粉末和颗粒之间的更持久的附着以产生了一种更长久耐用的裹复层。

通过这种方法制成的洗涤剂颗粒可以作为最终的颗粒洗涤剂合成剂使用。另一方面，这种直接裹复的洗涤剂颗粒可以同其它成份混合，诸如其它洗涤剂颗粒或助洗剂，以形成一种颗粒洗涤合成剂。

下面叙述的非限定实施例将说明本发明的方法和带裹复的洗涤剂颗粒。其中所有的部份中的百分数和比率，除非另加说明均对应于重量。

实 例 1

制备具有如下成份的洗涤剂颗粒
洗涤剂颗粒成份

成份	重量%
C ₁₂₋₃ 直链烷基苯磺酸钠	16.07
C ₁₄₋₁₅ 烷基硫酸钠	6.89
硫酸钠	21.05
硅铝酸钠(沸石A, 平均直径3—4微米)	26.03
碳酸钠	16.57
硅酸钠(1, 6比率)	2.17
聚丙烯酸钠(分子量4500)	2.41
聚乙二醇(分子量8000)	0.54
增白剂	0.23
水	8.04

上述洗涤剂颗粒的制作是通过首先将C₁₂₋₃直链烷基苯磺酸钠/C₁₄₋₁₅烷基硫酸钠(70/30)混合物, 硫酸钠和水在搅拌器中混合而得到的。硅铝酸钠、碳酸钠, 聚丙烯酸钠和硅酸钠也被添加到搅拌器中并进行混合。然后混合物在干燥塔中被喷干。

大约49.2磅(22.3千克)上述洗涤剂颗粒被放入旋转混合园筒中并同0.75磅(0.34千克)烷基乙氧基椰化物(6摩尔环氧乙烷)一起被喷射。然后把大约47磅(21.3千克)洗涤剂颗粒成品放入一个旋转混合园筒中, 利用设置在旋转园筒顶部开口处的静电粉末喷枪, 将大约3磅(1.4Kg)的硅铝酸钠均匀排布在洗涤剂颗粒表面上。

硅铝酸钠(SAS)经过一个重力供料仓(型号为*NPE—HC)加入到静电粉末喷枪中。在控制台(型号*NPE—CC8)中进行计量。流动速度、流态速度和雾化速度通过控制台被设置于最高设定值。电压调

整在90千伏(最大设定值)。SAS进入静电喷枪的中心通道。当枪被激发时,云雾状带电SAS粒子被发射进入液封的(Liqui—Pac)[®]55加仑园筒中,在园筒中洗涤剂颗粒被旋转。

SAS粒子均匀分布在自由落下的洗涤剂颗粒的表面上。虽然,粒子上的静电电荷估计在几小时内消失,但是甚至在一个月以后,SAS粒子仍然均匀地分布在洗涤剂颗粒上。

带裹复的洗涤剂颗粒能够单独利用或与其它成份混合以形成一种颗粒洗涤合成剂。

实 例 2

目的

进行一项实验以比较几种方法的效果,包括利用静电原理将硅铝酸钠(SAS平均粒子大小3—5微米)施加到洗涤剂颗粒上。

实验

洗涤剂颗粒按实施例1制备并喷涂占1.5%重量的烷基乙氧基椰化物(6摩尔环氧乙烷)。将这些洗涤剂颗粒分成6个样品。第一份样品(50磅;22.7千克)用作参照物。

三个样品用占6%重量的SAS裹复。其中之一作为第二个样品,它用3磅(1.4千克)的SAS裹复,采用的手段是用于将SAS撒入装有47磅(21.3千克)洗涤剂颗粒的旋转混合园筒中的。第三个样品用3磅(1.4千克)SAS裹复,采用的手段是利用实施例1中介绍的、电压设置为零的(无静电)静电粉末喷枪将SAS喷入装有47磅(21.3千克)洗涤剂颗粒的旋转混合园筒中。第四个样品是用3磅(1.4千克)SAS裹

复的，采用的手段同实施例1中使用的方法，用于47磅(21.3千克)洗涤剂颗粒。

余下的两个样品均用占3%重量的SAS裹复。其中之一作为第五样品，它用1.5磅(0.7千克)SAS裹复的，采用的手段是将SAS经过电压为0的(无静电)静电粉末喷枪喷入装有48.5磅(22千克)洗涤剂颗粒的旋转混合园筒的。第六个样品用3磅(1.4千克)SAS裹复，采用实施例1中使用的方法，用于48.5磅(22千克)洗涤剂颗粒。

样品如下：

样品号	处理方法
(1) 参照物	无
(2) 6%SAS	手撒
(3) 6%SAS	喷射
(4) 6%SAS	静电
(5) 3%SAS	喷射
(6) 3%SAS	静电

结果

1) 方法。当混合样品2，SAS粘性形成期间出现灰尘，虽然这并没有损失什么。在样品3和样品5中，利用不带静电的喷枪伴随有大量可见灰尘，10—20%的SAS由于灰尘影响而损失。在样品4和6中，在无灰尘情况下利用静电，使得SAS没有因灰尘影响而损失。

2) 样品。电子显微镜观察的结果表明：利用静电可得到最有效的裹复。利用静电，3%的SAS完全均匀地裹复并粘着在颗粒上(样品6)。不利用静电，裹复的3%SAS是稀少的和不规则的(样品5)。用6%SAS,对所有的方法(样品2-4)裹复都是完整的。利用静电(样品4和6)，

则未附着的SAS粘接剂(即未附着到颗粒表面的)明显少于同等水平的其它样品。

3) 储存稳定性。在高温、高湿条件下(80° F或26.6°C, 80%相对湿度), 在敞开的纸箱经过一段时间, 无论3%或6%SAS(样品2—6), 洗涤剂颗粒的粘接/成团和流动特性都有明显的改进。最大的改进是出现在当利用静电添加6%的SAS时。在同样的SAS水平下, 相对其它方法, 利用静电能略微提高SAS裹复的耐久性能(粘接程度)。

4) 密度。通常, 对于3%的SAS(样品5和6), 密度增加2.4盎司每100立方英寸(41.5g/l)。同样, 对于6%的SAS(样品2—4), 密度增加3.5到4.0盎司每100立方英寸(60.5—69.2g/l)。对于样品4(6%SAS; 利用静电)密度的增加为0.5盎司每100立方英寸(8.6g/l), 其小于样品2和3(6%SAS)。