

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[ 51 ] Int. Cl<sup>7</sup>

C11D 11/04

C11D 11/00 C11D 3/02



# [12] 发 明 专 利 说 明 书

[21] ZL 专利号 98808423.6

[45] 授权公告日 2004 年 9 月 8 日

[11] 授权公告号 CN 1165607C

[22] 申请日 1998.6.12 [21] 申请号 98808423.6

[30] 优先权

[32] 1997.6.27 [33] GB [31] 9713748.3

[86] 国际申请 PCT/EP1998/003670 1998.6.12

[87] 国际公布 WO1999/000475 英 1999.1.7

[85] 进入国家阶段日期 2000.2.22

[71] 专利权人 尤尼利弗公司

地址 荷兰鹿特丹

[72] 发明人 B·B·德梅尼策斯萨穆派奥

L·瓦利

审查员 赵小凌

[74] 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

代理人 王景朝 杨丽琴

权利要求书 1 页 说明书 11 页

[54] 发明名称 生产洗涤剂颗粒

[57] 摘要

使液态粘结剂和固态中和剂接触制得粒状洗涤剂产品。所述粘结剂包括含阴离子表面活性剂酸前体和无机酸的酸成分，无机酸占酸成分的至少 2.5%。在低剪切造粒机中，尤其是气态流化造粒机中，所述中和剂与至少一部分粘合剂造粒。

I S S N 1 0 0 8 - 4 2 7 4

1. 生产粒状洗涤产品的方法，包括使液态粘结剂与粉末和/或粒状固体中和剂接触，所述液态粘结剂包括含阴离子表面活性剂的酸前体和无机酸的酸性成分，其中无机酸之量占酸成分的至少 10 wt%，而中和剂之量至少要足以完全中和酸成分，并且中和剂和液体粘结剂在气体流态化造粒机中相接触和造粒。

2. 根据权利要求 1 的方法，其中无机酸之量至少占酸成分的 15% 重量。

3. 根据权利要求 1 的方法，其中无机酸之量不超过酸成分的 50% 重量。

4. 根据权利要求 1 的方法，其中固态中和剂包括碱性无机材料。

5. 根据权利要求 4 的方法，其中碱性无机材料是碱金属盐。

6. 根据权利要求 5 的方法，其中碱金属盐是碳酸盐或碳酸氢盐。

7. 根据权利要求 6 的方法，其中碳酸盐或碳酸氢盐是其钠盐。

8. 根据权利要求 1 的方法，其中将第一份液态粘结剂与中和剂在混合器中混合，形成部分造粒材料，然后该部分造粒材料与第二份液态粘结剂在流态化区相接触进行完全造粒。

## 生产洗涤剂颗粒

- 5 本发明涉及低堆密度（BD）洗涤剂组合物的生产方法，以及由该方法制得的组合物。

很久以来，现有技术为获得洗涤剂粉末，均采用喷雾干燥法。但喷雾干燥法资金和能耗密集，因此其产品成本高。

- 10 近年来，不使用喷雾干燥法，而主要采用混合工艺来生产粒状洗涤产品，已引起人们高度重视。所述混合工艺，对于最初造粒工序之后，借助后配各种成分，从同一个工厂生产各种不同组合物粉末来说，赋予更大灵活性。

- 15 一种不涉及喷雾干燥的已知混合法采用中速造粒机（一个普通的例子通常俗称为“犁铲”），视需要先采用高速混合器（一个普通例子通常俗称为“再循环器”，因其有再循环冷却系统）。此工艺的典型例，在我们的欧洲专利说明书 EP-A-367339、EP-A-390251 和 EP-A-420317 中介绍过。这些中速和高速混合器对加工材料施加相当高的剪切力。

- 20 直至今日，仍没什么人在使用低剪切混合器或造粒机方面作过多少研究。一种类型低剪切设备是气体流态化造粒机。这种装置中，吹进气体（通常是空气）穿过其上喷有液体成分的颗粒实体。气体流态化造粒机有时称之为“流化床”造粒机或混合器。但这种称呼严格说来并不准确，因为此种混合器可以以相当高的气体流速操作，而在这种高流速下并不会形成经典的“沸腾”流化床。

- 25 虽然低剪切力造粒可以较好地控制堆密度，但仍需要较大灵活性，特别是要生产较低堆密度的粉末。涉及低剪切力造粒的工艺是十分多变的。

印度专利 No. 166307（Unilever）介绍使用内部再循环流化床，并说明使用常规流化床会导致结块和发粘。

- 30 东德专利 No. 140 987（VEB Waschmittelwerk）介绍了一种生产粒状洗涤和清洁组合物的连续法，其中非离子表面活性剂或阴离子表面活性剂的酸前体之类的液体成分，被喷洒于流态化粉状助洗剂材

料（特别是含有高含量第 II 相成分的三聚磷酸钠（STP）上，获得其堆密度范围 530 - 580 g/l 的产物。

WO96/04359（Unilever）公开了一种方法，其中使碱性洗涤助剂之类的中和剂与阴离子表面活性剂的液态酸前体在流化区接触，形成洗涤剂颗粒，从而制备出低堆密度粉末。

我们发现，将无水酸与阴离子表面活性剂的液态酸前体相结合能够降低堆密度。因此本发明提供生产粒状洗涤剂产品的方法，该方法包括使液态粘结剂与粉状和/或粒状固态中和剂接触。所述液态粘结剂含包括阴离子表面活性剂酸前体和无机酸在内的酸成分，其中无机酸含量占酸成分的至少 10 wt%，中和剂之量要足以完全中和酸成分，而所述中和剂与液态粘结剂在气体流态化造粒机中相接触并成粒。

我们也发现，由本发明方法生产的粒状洗涤剂产物，在洗涤液中的溶解速度可得到改善。

本发明方法中，所述造粒机是气体流态化型，其中包括流态化区段，该区段中液态粘结剂喷洒到固态中和剂中或其上。有时可优选使用带有振动床的装置。

本发明上下文中，所谓“粒状洗涤剂产物”指用于销售的成品粒状产物，以及用于形成成品产物的粒状成分或添加剂，例如通过后配入到其它成分或添加剂，或任何其它形式的混合物中，或与其它成分或添加剂，或任何其它形式的混合物一起。最低限度的要求是它应当含有阴离子表面活性剂和无机酸的盐。还可以含有一种或多种助洗剂、漂白剂或漂白体系成分、酶、酶稳定剂或酶稳定系统之成分、防污垢再沉积剂、荧光增白剂、抗蚀剂、消泡材料、香料或着色剂。

如本文中所用、所谓“粉末”指基本上由个体材料细粒或此类细粒混合物组成的材料。所谓“颗粒”指粉末材料聚集后形成的小粒。本发明方法生产的最终产品由高百分比颗粒组成，或者说包含高百分比颗粒。但附加的粒状和/或粉末材料可以视需要后配入所述产品中。而且，如下面要详细介绍的，本发明的固体中和剂可以是粉末和/或颗粒。

本发明方法可按所需以间歇操作方式或连续操作方式进行。

无论本发明方法采用间歇式或连续式, 固态中和剂均可在液态粘结剂引入期间的任何时间加入。本发明方法的最简单形式中, 首先将固态中和剂引入气体流态化造粒机中, 然后用液态粘结剂喷洒。但可以将一部分固态中和剂一开始就加入气体流态化造粒机中, 而其余部分随后分一次或多次再加入, 既可一次或多次分别间歇式加入, 也可连续方式加入。

液态粘结剂可以从上方和/或下方, 和/或在含固态中和剂的流化材料中间喷洒。

本发明还包括由本发明方法获得的洗涤剂组合物。

10 无机酸占液态粘结剂的酸成分重量的至少 10%。某些含少量无机酸杂质的市售酸阴离子表面活性剂前体受到青睐。但优选酸成分中的无机酸含量至少 15 wt%, 更优选至少 20 wt%。

也优选无机酸不超过酸成分的 50 wt%, 更优选不超过 40 wt%, 最优选不超过 30 wt%。

15 如酸成分一样, 所述液态粘结剂也可以含一种或多种其它液态材料, 例如液态非离子表面活性剂和有机溶剂。酸成分的总量正常情况下要尽可能高, 但要考虑到液态中其它成分的存在, 以及服从下面各种考虑。因此酸成分可以至少占液态粘结剂的 98 wt% (比如说至少 95 %), 但可以是至少 75 wt%、至少 50 wt%或至少 25 wt%。

20 如果液态粘结剂中有液态非离子表面活性剂存在, 那么阴离子表面活性剂(一种或多种)的酸前体(一种或多种)与非离子表面活性剂之重量比一般是 20:1 至 1:20。但该比例可以例如是 15:1 或更低(即阴离子更少)、10:1 或更低、或者 5:1 或更低。另一方面, 非离子表面活性剂可以是主要成分, 这样该比例是 1:5 或更高(即非离子更多)、1:10 或更高、或者 1:15 或更高。比例范围也可以是 5:1 至 1:5。

25 根据本发明方法生产颗粒物时, 有时候不希望都通过中和酸前体而掺入所有阴离子表面活性剂。有一些可以视需要以碱金属盐形式加入。将其溶解于液态粘结剂中, 或者作为固体物的一部分加入。这种情况下, 以盐形式掺入的阴离子表面活性剂的最高量(以低剪切造粒机产出的产物中阴离子表面活性剂盐总重的百分比表示)优选不超过 30 70 %, 更优选不超过 50 %, 而最优选不超过 40 %。

根据本发明方法制造颗粒物时, 不希望都以中和无机酸的方式掺

入所有无机酸盐。优选有一些无机酸盐以碱金属盐形式加入，例如以硫酸钠加入，将其溶于液态粘结剂中，或作为固体物的一部分加入。借助无机酸中和而掺入无机碱金属盐的最高量（以低剪切造粒机产出的产物中无机酸盐总重的百分比表示）优选不超过 50 %，更优选不超过 40 %，而最优选不超过 30 %。

如果希望在该颗粒中掺入皂，可借助加入脂肪酸实现，以溶液形式、或作为固体物的一部分加入到液态粘结剂中。所述固体在任何情况下必需含有无机碱中和剂，使之与脂肪酸反应生成皂。

所述液态粘结剂通常完全无水或基本上无水，这就是说，水的存在不能超过液态粘结剂的 25 wt%，而优选不超过 10 wt%。但是，如果需要的话，可以加入控制量的水，有助于中和作用。该加水量为最终洗涤组合物重量的 0.5~3 wt%。在加入液态粘结剂的酸成分以前加入这些水，或与之一起加入，或者与之交替加入均宜。

本发明方法的精加工法中，中和剂可以与液态粘结剂的第一份接触或混合，例如在低剪切、中剪切、或高剪切混合器（即预混合器）中形成部分成粒材料。然后可以将该部分成粒材料在气体流态化造粒机中以第二份液态粘结剂喷洒，形成粒状洗涤剂产品。

在这样的二步成粒法中，优选（但不是绝对必需）全部液态粘结剂只在部分造粒预混合器中和气体流态化造粒步骤中调配。可以设想，某些可以在部分造粒预混合器和/或其它较早加工步骤之前调配。此外，液态粘结剂的含量（例如无机酸含量）在第一和第二阶段之间也可以改变。

预混合器中的造粒程度（即部分造粒）和气体流态化造粒机中的造粒量，优选根据最终产品所需的密度来决定。两步骤中各步骤的液态粘结剂优选调配量可以改变，因此，

(i) 如果需要较低粉末密度，即 350 - 650 g/l

(a) 优选在预混合器中加入液态粘结剂总重的 5 - 75 %；和

(b) 优选在气体流态化造粒机中加入液态粘结剂总重的其余 95 - 25%。

(ii) 如果需要较高粉末密度，即 550 - 1300 g/l

(a) 在预混合器中加入液态粘结剂总重的 75 - 95 %；和

(b) 在气体流态化造粒机中加入液态粘结剂总重的其余 5 -

25%。

无论是否用初始预混合器来部分造粒，含固态中和剂并视需要含其它成分的粒状材料都可引入气体流态化造粒机中，然后引入所需量液态粘结剂，优选将其喷洒在所述材料上，优选从其上喷洒。

- 5 如果使用初始预混合器来部分造粒，则该步骤适合的混合器是高剪切 Lodige<sup>R</sup> CB 机或 Lodige<sup>R</sup> KM 机之类的中速混合器。其它适宜的设备包括德国 Drais Werke GmbH 制造的 Drais<sup>R</sup> T160 系列；带有内部切割叶片的 Littleford 混合器和旋转轴上有几个叶片的涡轮式制粉混合机。低剪切或高剪切混合器造粒机有搅拌作用和/或切割作用，
- 10 各自独立操作。低剪切或高剪切混合器造粒机的优选类型是 Fukae<sup>R</sup> FS-G 系列混合器，来自德国 Dierks & Sohne 的 Diosna<sup>R</sup> V 系列、来自英国 T. K. Fielder Ltd 的 Pharma Matrix<sup>R</sup>。其它适宜的是来自日本 Fuji Sangyo Co. 的 Fuji<sup>R</sup> VG-C 系列、来自意大利 Zanchetta & Co. srl 的 Roto<sup>R</sup>、和 Schugi<sup>R</sup> Flexomix 造粒机。

- 15 其它适宜于预造粒阶段的混合器是 Lodige (商标) FM 系列(犁铲式混合器)间歇式混合器，购自 Scotland 的 Morton Machine Co. Ltd。

- 20 气体流态化造粒机优选在空塔空气流速约为  $0.1 - 1.2 \text{ ms}^{-1}$ ，正相对压力或负相对压力下，及空气进口温度  $-10^\circ$  或  $5^\circ \text{C}$  而最高  $80^\circ \text{C}$  范围内(某些情况下可高达  $200^\circ \text{C}$ )的条件下操作。流化床内操作温度一般为室温至  $60^\circ \text{C}$ 。

- 25 本发明使用的气体流态化造粒机适宜于使细粉再循环，即使粉末或很细小的部分粒状材料再循环，使它们回到气体流态化造粒机的进口，和/或任何预混合器/造粒机进口。优选所述细粒是清出材料，即存在于离开气体流态化室的空气中。

视需要在任何适宜阶段可在原料中引入“成层剂”或“流动助剂”，以改善产品的颗粒度，例如避免颗粒附聚和/或结块。任何成层剂/流动助剂以洗涤剂组合物  $0.1 \sim 15 \text{ wt}\%$  之量加入均相宜，更优选  $0.5 \sim 5 \text{ wt}\%$ 。

- 30 适宜的流动助剂包括结晶和无定性碱金属硅酸盐、硅铝酸盐，例如沸石、Dicamol、方解石、硅藻土、二氧化硅(例如沉淀二氧化硅)、氯化物(例如氯化钠)、硫酸盐(例如硫酸镁和硫酸钠)、碳酸盐(例

如碳酸钙)和磷酸盐(例如三聚磷酸钠),按所需可采用这些材料的混合物。

一般来说,在加工的适当阶段可将附加成分掺入液态粘结剂中,或混入固态中和剂中。但固态成分可后配入粒状洗涤剂产品中。

- 5 本发明方法采用液态粘结剂酸成分,(包括阴离子表面活性剂酸前体和无机酸)通过中和剂流态化而与中和剂发生中和反应,视情况可在中和剂部分预造粒之后与一部分液态粘结剂反应。优选控制液态粘结剂的加入量,以避免其以未中和形式积聚在最终产品中。

- 10 酸组分中的酸前体,例如可以是直链烷基苯磺酸盐(LAS),或伯烷基硫酸盐(PAS)阴离子表面活性剂的酸前体,或者其它种类阴离子表面活性剂的酸前体。

酸组分中的无机酸可以是与阴离子表面活性剂酸前体相容的任何无机酸。优选硫酸。而其它适宜的无机酸包括例如盐酸。

- 15 中和剂是相宜的颗粒状,并含碱性无机材料,优选碱性盐。适宜的材料包括碱金属碳酸盐和碳酸氢盐,例如其钠盐。

中和剂要以能完全中和酸成分之量加入,如果需要,可采用化学过量中和剂,以保证完全中和,或提供其它功能,例如当作洗涤助洗剂,比如中和剂含碳酸钠即如此。

- 20 除了由中和步骤获得阴离子表面活性剂外,如上面提到的阴离子表面活性剂或非离子表面活性剂、还有阳离子、两性、两性离子或半极性表面活性剂及其混合物还可以在适当时候加入。总的来说,适宜的表面活性剂包括 Schwartz 和 Perry 所著“表面活性剂和洗涤剂”第 I 卷中全面介绍的表面活性剂。如果需要,还可加入含有 C<sub>10</sub> - C<sub>18</sub> 个碳原子的饱和或不饱和脂肪酸衍生的肥皂。

- 25 成品粒状洗涤剂产物中,洗涤剂活性物适宜含量为其重量的 5 - 40 %, 优选 10 - 30 %。

完全的洗涤剂组合物通常含有洗涤助洗剂。所述助洗剂可以用中和剂一起加入和/或按需随后加入,优选助洗剂与中和剂一起加入。

- 30 总的来说,洗涤助洗剂在粒状洗涤剂产品中的总量以 10 - 80 wt%, 优选 15 - 65 wt%, 更优选 15 - 50 wt% 为宜。

可以存在的无机助洗剂包括碳酸钠、如果需要与碳酸钙的晶种相结合,如 GB 1437950 所述。如果加有阴离子酸前体,则任何用于中



和该酸前体的碳酸钠均需过量。

其它适宜助洗剂包括结晶和无定形硅铝酸盐，例如 GB 1 473 201 公开的沸石，GB 1 473 202 所公开的无定形硅铝酸盐，和 GB 1 470 250 所公开的混合结晶/无定形硅铝酸盐，以及 EP 164 514B 公开的层状硅酸盐。也可以存在无机磷酸盐助洗剂，例如正磷酸钠、焦磷酸钠、和三聚磷酸钠。

硅铝酸盐、无论用作成层剂和/或以粒状整体加入，以总量占粒状洗涤产品 10 - 60 wt% 为宜，优选 15 - 50 wt%。在大部分市售粒状洗涤剂组合物中所用沸石是沸石 A。但 EP 384070 所介绍和要求保护的最大铝含量沸石 P 也很适宜采用。沸石 MAP 是硅与铝比例不超过 1.33 的 P 型碱金属硅铝酸盐，优选该比例不超过 1.15，更优选不超过 1.07。

可加入的有机助洗剂包括聚羧酸类聚合物，例如聚丙烯酸盐、丙烯酸/马来酸共聚物，和丙烯酸次磷酸盐；单体多羧酸盐，例如柠檬酸盐、葡萄糖酸盐、氧联琥珀酸盐、甘油单、二和三琥珀酸盐、羧甲氧基琥珀酸盐丙二酸盐、吡啶二羧酸盐、羟乙基亚氨基乙酸盐、烷基和链烯基丙二酸盐和琥珀酸盐；以及磺酸化脂肪酸盐。马来酸、丙烯酸和乙酸乙烯酯共聚物因其生物可降解性因而为环境保护所需而特别优选。以上列出的还远未完全举尽。

特别优选的有机助洗剂是柠檬酸、宜于以 5 - 30 wt%，优选 10 - 25 wt% 之量使用；而丙烯酸聚合物，特别是丙烯酸/马来酸共聚物宜于以 0.5 - 15 wt%，优选 1 - 10 wt% 之量使用。为其它目的使用柠檬酸，也可以较低水平（例如 0.1 - 5 wt%）加入。助洗涤优选碱金属盐，尤其是钠盐形式。

助洗剂系统以含结晶或层状硅酸盐为宜，例如购自 Hoechst 的 SKS-6，一种沸石，例如沸石 A，以及任选碱金属柠檬酸盐。

助洗剂和中和剂可以是相同材料，例如碳酸钠，在这种情况下，要采用足够的材料满足这两种功能。

本发明洗涤剂组合物也适于含有漂白系统。织物洗涤组合物可希望含有过氧漂白化合物，例如无机过氧盐或有机过氧酸，在水溶液中能产生过氧化氢。

本发明获得洗涤剂粉末以 350 - 650 g/l，或 450 - 650 g/l，例

如接近 500 g/l 的低堆密度为宜，因此与喷雾干燥法获得的堆密度差不多。

该组合物也可以含颗粒填充剂，所述填充剂宜于含无机盐，例如硫酸钠和氯化钠。填充剂加入量为组合物重量的 5 - 60 %。

- 5 按本发明方法生产的全配方洗涤剂组合物，例如可以含有洗涤活性剂和助洗剂，以及视需要加入的一种或多种流动助剂，填充剂和其它次要成分，例如着色剂、香料、荧光剂、漂白剂、酶。

现以下面的非限制性实施例举例说明本发明：

10

## 实施例

### 实施例 1

本例说明增加液态粘结剂中的硫酸含量对粒状洗涤剂堆密度的影响。

- 15 含各种比例直链烷基苯磺酸（LAS）、水（在此情况下水有助于中和作用）和硫酸的液态粘结剂溶液如表 1 所示配制。然后在流态化床设备中，于 45 °C - 50 °C 温度下，将液态粘结剂溶液喷洒在颗粒材料中。所以颗粒材料含中和剂碳酸钠、它以过量加入，使之有效地行使作为助洗剂的其它功能，还含有其它材料，例如三聚磷酸钠（STP）、沸石（作为流动助剂）、硫酸钠（作为填充剂），以及  
20 少量成分、如荧光剂和抗再沉积剂（SCMC）。流化床造粒结果形成中和后的酸，并产生自由流动的颗粒洗涤剂产物。

试验 2 和 3 证明当有硫酸存在于液态助洗剂中时，会明显降低洗涤剂产物的堆密度。当硫酸含量升高，则原位形成的硫酸钠增多，而洗涤剂产品的堆密度便降低。

表 1

|                 | 试验 1  | 试验 2  | 试验 3  |
|-----------------|-------|-------|-------|
| 液体粘结剂 ( wt% )   | 92.15 | 86.14 | 73.72 |
| . LAS           | 1.14  | 7.37  | 20.63 |
| . 硫酸            | 5.5   | 5.29  | 4.63  |
| . 水             | 1.14  | 1.20  | 1.03  |
| . 杂质            |       |       |       |
| 最终组合物 ( wt% )   |       |       |       |
| NaLAS           | 15.00 | 15.00 | 15.00 |
| 碳酸钠             | 25.50 | 25.50 | 25.50 |
| STP             | 2.26  | 2.26  | 2.26  |
| 原位形成的硫酸钠        | 0.27  | 1.31  | 4.00  |
| 硫酸钠             | 48.73 | 47.14 | 42.93 |
| 水               | 2.49  | 2.97  | 4.21  |
| 沸石 ( 100 % AI ) | 4.89  | 4.89  | 4.89  |
| 少量成分及杂质         | 0.86  | 0.93  | 1.21  |
| 堆密度 ( g/l )     | 711   | 667   | 615   |

### 实施例 2

5 本例说明提高液态粘结剂中的硫酸含量对粒状洗涤剂产品堆密度及溶解速度 ( ROD ) 的影响。

含各种比例直链烷基苯磺酸 ( LAS )、水 ( 此情况下水的存在有助于中和反应 ) 和硫酸的液态粘结剂溶液, 如表 2 所示配制。该液态粘结剂溶液被喷洒到颗粒物上, 而流化床造粒如实施例 1 所述进行, 产生自由流动的粒状洗涤剂组合物。

10 试验 6 中, 碳酸钠一水合物由加入相当于洗涤剂中碳酸钠之量 17 wt% 的水而预形成。

表 2

|                 | 试验 4  | 试验 5  | 试验 6  |
|-----------------|-------|-------|-------|
| 液态粘结剂 ( wt% )   |       |       |       |
| . LAS           | 85.17 | 82.45 | 82.45 |
| . 硫酸            | 5.83  | 15.81 | 15.81 |
| . 水             | 7.16  | 0.725 | 0.725 |
| . 杂质            | 1.84  | 1.02  | 1.02  |
| 最终组合物 ( wt% )   |       |       |       |
| NaLAS           | 15.00 | 15.00 | 15.00 |
| 碳酸钠             | 25.50 | 24.35 | 25.72 |
| STP             | 2.26  | 2.26  | 2.26  |
| 原位形成的硫酸钠        | 1.07  | 2.77  | 2.77  |
| 硫酸钠             | 47.43 | 47.5  | 41.28 |
| 水               | 2.82  | 2.33  | 7.19  |
| 沸石 ( 100 % AI ) | 4.89  | 4.93  | 4.93  |
| 少量物, 杂质         | 1.03  | 0.86  | 0.85  |
| 堆密度 ( g/l )     | 650   | 590   | 570   |
| * ROD(%)        |       |       |       |
| . 20 秒          | 70    | 73    | 73    |
| . 30 秒          | 79    | 84    | 82    |

\* 溶解速度

试验 4、5 和 6 肯定了实施例 1 的发现, 即掺入硫酸在液态粘结剂中并使之原位中和, 能使洗涤剂产品的堆密度明显降低。

将洗涤剂组合物加入到 500 ml 水中, 配成 5 % ( w/v ) 浓度, 在 100 rpm 转速下混合, 并测定溶液的电导率、直至读数达到恒定为止, 由此测定洗涤剂产品的溶解速度。

试验 5 和 6 与试验 4 比较, 当液态粘结剂中的硫酸含量从 5.83 wt% 提高到 15.81 wt% 时, 观察到 ROD 提高。

由 30 个行业内专家对试验 4、5 和 6 洗涤剂组合物的溶解行为和发泡质量进行评估。在槽中充入 16 l 和加入 50 g 洗涤剂组合物, 将该溶液搅拌 15 秒, 模拟正常的洗手过程, 提供产物溶解状况。在该

阶段测定残留物和泡沫。将染有污垢之物放入溶液中浸泡 15 分钟。再次评定残余物含量。浸泡后接着进行擦洗，然后再次评估残留物。最后进行二次漂洗，完成洗涤过程。

5 专家组评出的残留物和泡沫水平以 1 - 10 级记分。为进行对比用的喷雾干燥组合物对对照样也加以评估。所述喷雾干燥组合物含 25 % NaLAS、14.5 % STP、17.5%碳酸钠，8 % 碱性硅酸钠、6.5% 水分和 29.5 % 硫酸钠。堆密度是 460 g/l，而 30 秒后粉末的溶解比例超过 90 %。

所得数据进行统计学处理，其结果列于表 3，反映 95 % 置信度。

10

表 3

|           |    |      |    |      |    |      |    |      |
|-----------|----|------|----|------|----|------|----|------|
| 残余物: 15 秒 | T6 | 3.77 | T5 | 3.91 | C  | 3.91 | T4 | 5.79 |
| 泡沫量       | T4 | 5.93 | T6 | 7.02 | T5 | 7.06 | C  | 7.95 |
| 残留物: 15 分 | T6 | 0.76 | T5 | 0.96 | C  | 1.16 | T4 | 1.49 |
| 残留物: 结束时  | T6 | 0.58 | T5 | 0.60 | C  | 0.69 | T4 | 0.70 |

其中产物: C - 喷雾干燥组合物对照样

T<sub>4</sub> - 试验 4

15

T<sub>5</sub> - 试验 5

T<sub>6</sub> - 试验 6

与试验 4 比较，洗涤组合物试验 5 和 6 在 15 秒时溶解速度明显改善。试验 5 和 6 在 15 秒时的溶解与喷雾干燥组合物差不多。

20 溶解度的改善对增加泡沫很明显。试验 5 和试验 6 的产物优于试验 4。

试验 5 和试验 6 的产物与试验 4 比较优点在于缩短了洗涤过程，正如洗涤 15 分钟时和结束时的测定所证明的。但是在洗涤第一瞬间优越的溶解速度非常重要，因为这时消费者会真正感知和判断其品质。

25