

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl⁷
C11D 17/06
C11D 3/06 C11D 17/00
C11D 3/12



[12] 发 明 专 利 说 明 书

[21] ZL 专利号 97194045.2

[45] 授权公告日 2004 年 4 月 21 日 [11] 授权公告号 CN 1146654C

[22] 申请日 1997.2.8 [21] 申请号 97194045.2 [30] 优先权 [32] 1996. 2.26 [33] GB [31] 9604022.5 [86] 国际申请 PCT/EP1997/000590 1997.2.8 [87] 国际公布 WO97/32005 英 1997.9.4 [85] 进入国家阶段日期 1998.10.23 [71] 专利权人 尤尼利弗公司 地址 荷兰鹿特丹 [72] 发明人 W·D·埃梅赖 审查员 代玲莉	[74] 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司 代理人 孟八一 杨九昌
权利要求书 2 页 说明书 11 页	

[54] 发明名称 生产洗涤剂颗粒的非塔式方法

[57] 摘要

含有高含量阴离子表面活性剂(例如 LAS 和/或 PAS)和磷酸盐助洗剂的高堆积密度洗涤剂颗粒, 由于还掺有硅铝酸盐助洗剂而改善了颗粒性能。

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

1. 生产洗涤剂颗粒的非塔式方法，该颗粒含有超过 20wt% 的阴离子表面活性剂、至少 15wt% 的磷酸盐助洗剂，和 1-40wt% 的沸石助洗剂，该方法包括：

5 (i) 将磷酸盐助洗剂和阴离子表面活性剂向急速反应器的干燥区中进料；

(ii) 加热干燥区中的物质以降低含水率，干燥区内有搅拌工具，干燥区中的滞留时间是小于 5 分钟；和

10 (iii) 将洗涤剂颗粒所需的总量沸石的至少一部分作为表面成层剂加到步骤 (ii) 所得的物质上，同时在冷却区中主动冷却这样得到的物质，其中干燥区保持在至少 100℃ 的温度上，冷却区在不超过 50℃ 的温度下操作。

2. 根据权利要求 1 所述的方法，其中在冷却区中将沸石以表面成层剂加入。

15 3. 根据权利要求 1 或 2 所述的方法，其中搅拌工具包括一组轴向安装于旋转轴上的径向伸展的叶片和/或刮刀。

4. 根据权利要求 1 或 2 所述的方法，其中将阴离子表面活性剂的酸前体和中和剂加入干燥区。

20 5. 根据权利要求 1 或 2 所述的方法，其中阴离子表面活性剂含有超过 20% 所说颗粒重量的直链烷基苯磺酸盐。

6. 根据权利要求 1 或 2 所述的方法，其中阴离子表面活性剂含有伯烷基硫酸盐。

7. 根据权利要求 1 或 2 所述的方法，其中洗涤剂颗粒含有超过 25wt% 的阴离子表面活性剂。

25 8. 根据权利要求 1 或 2 所述的方法，其中洗涤剂颗粒含有至少 30wt% 的阴离子表面活性剂。

9. 根据权利要求 1 或 2 所述的方法，其中洗涤剂颗粒含有 15wt% 到 60wt% 的磷酸盐助洗剂。

30 10. 根据权利要求 9 所述的方法，其中洗涤剂颗粒含有 20wt% 到 50wt% 的磷酸盐助洗剂。

11. 根据权利要求 1 所述的方法，其中洗涤剂颗粒进一步还含有无机共掺助洗剂。

-
12. 根据权利要求 11 所述的方法，其中无机共掺助洗剂含有碳酸钠。
 13. 根据权利要求 11 或 12 所述的方法，其中无机共掺助洗剂的量是上述洗涤剂颗粒重量的 1% 到 50%。
 14. 根据权利要求 1 或 2 所述的方法，其中磷酸盐助洗剂含有三聚磷酸钠。

生产洗涤剂颗粒的非塔式方法

5 本发明涉及阴离子洗涤剂颗粒、其生产方法和含有该颗粒的组合物。更具体地说，本发明涉及含有阴离子表面活性剂和磷酸盐助洗剂的洗涤剂颗粒。

在洗涤剂组合物中通常采用的洗涤剂活性物质包括阴离子表面活性剂，如直链烷基苯磺酸盐（LAS）、直链烷基醚硫酸盐（LES）和伯烷基硫酸盐（PAS），以及非离子表面活性剂如乙氧基化醇。为改善洗
10 涤性能，最好能供给粉末状高含量的洗涤剂活性物质，和洗涤助剂。

通常，可以加入的活性物质最高含量受生产方法要求的限制。堆积密度高的洗涤剂组合物一般按下法制备：把该组合物诸组份和/或由例如喷雾干燥法制得的基质粉末相混合或制粒，这种洗涤剂组合物与堆积密度低的组合物相比，给消费者带来很大好处。

15 将洗涤剂活性化合物加入到这种液态组合物中是已知的。但是，因为必须控制固液比例以形成洗涤剂颗粒，所以能以这种方式加入的洗涤剂活性物质的最高含量是有限的。

也都知道，可将阴离子表面活性剂如 LAS 或 PAS 以固体辅助剂的形式，即以含有表面活性剂和该组合物其它组份（如助洗剂）的颗粒的形式，加入到洗涤剂组合物中。要将高含量的阴离子表面活性剂
20 加入到这种辅助剂中，而又保持良好的流动性和足够低的结块倾向是很困难的。对这个问题已提出几种解决办法，其中包括我们的 PCT 专利申请 No. PCT/EP 95/03321 中公开的办法（在本申请优先权日之前未公布）。

25 虽然有一种摆脱使用磷酸盐助洗剂而采用其它无机助洗剂如硅铝酸盐、碳酸盐或柠檬酸盐的趋势，但考虑到磷酸盐的每单位材料成本的助洗性能十分好，它在某些配方中仍是最理想的。遗憾的是，如果和磷酸盐助洗剂一起使用大量阴离子表面活性剂，如 LAS 或 PAS，那末过度结块的倾向会再次变得严重，即使采用为避免过度结块的生产
30 方法。这个问题对于 LAS 来说特别明显。但是，堆积密度高的产品通常要求高含量的阴离子表面活性剂，即 20% 以上重量该阴离子剂，如

果不用微粒性材料如沸石来控制粒度（它充许阴离子含量可达约 30 %）这个问题的严重性是不可接受的。

上述与磷酸盐助洗剂有关的问题现在已采用以硅铝酸盐助洗剂加入该颗粒的办法来加以克服。

- 5 US - A - 4 524 010 披露一种喷雾干燥的、含磷酸盐和硅铝酸盐助洗剂成分至多占表面活性剂重量 40 % 的洗涤剂颗粒。

US - A - 4 019 999 披露一种喷雾干燥的洗涤剂组合物，含有硅铝酸盐助洗剂和用量减少的正磷酸盐或焦磷酸盐助洗剂。可能存在高达 40 % 表面活性剂，这种表面活性剂可以包括阴离子表面活性剂物质。

10

本发明提供含有至少 20 %（重量）阴离子表面活性剂，和至少 15 %（重量）磷酸盐助洗剂，以及硅铝酸盐助洗剂（在洗涤剂颗粒内和/或其表面上）的洗涤剂颗粒。

如上所述，存在磷酸盐助洗剂时的过度结块问题，当掺入 LAS 时特别明显。所以，在本发明的范围内，该阴离子表面活性剂优选含有高于颗粒总重 20 % 的 LAS。但是，该阴离子表面活性剂也可以由任何其它的阴离子表面活性剂组成（特别是 PAS），或含有任何其它的阴离子表面活性剂（特别是 PAS）。

15

在洗涤剂颗粒中阴离子表面活性剂的含量优选至少占该颗粒重量的 20 %，更优选至少 25 % 尤其是 30 %，和最优选 35 %。在每种情况中，阴离子表面活性剂可由选由 LAS、PAS、LES 或任何其它阴离子表面活性剂中的一种或多种表面活性剂组成。

20

洗涤剂颗粒优选含有 15 % 到 60 %（重量）的磷酸盐助洗剂，特别优选的范围是 20 % 到 50 %（重量）。

25 洗涤剂颗粒也优选含有 1 % 到 40 %（重量）的硅铝酸盐助洗剂，例如含 1.5 % 到 20 %。

也优选掺入无机的共掺助洗剂以及磷酸盐和硅铝酸盐助洗剂。

这种无机共掺助洗剂，以及有机共掺助洗剂的例子在下文给出。但是，特别优选掺入到洗涤剂颗粒中的是碳酸钠形式的无机共掺助洗剂。无机共掺助洗剂可以例如占颗粒重量的 1 % 到 30 %，更优选 2 % 到 25 %（重量）。

30

磷酸盐助洗剂可以是任何一种无机磷酸盐助洗剂，如下文所述添

加本发明洗涤剂颗粒于其中的基质粉末的一种可选组份，但特别优选三聚磷酸钠。

同样，硅铝酸盐助洗剂也可以是任何一种硅铝酸盐，例如下文所述添加本发明洗涤剂颗粒于其中的基质粉末的一种可选成分，晶态或非晶态的硅铝酸盐。但是，特别优选沸石。

最好以成层剂，例如硅铝酸盐之类的惰性物质分开投料到冷却区中，去涂覆洗涤剂颗粒因而改善成粒性。当成层剂是硅铝酸盐时，正如权利要求1所规定的，这可以构成本发明洗涤剂颗粒的硅铝酸盐助洗剂的部份或全部。成层剂也可以是任何一种微粒性材料（例如 $< 25\mu$ ），以其涂覆粘性颗粒以改善其流动性，例如硅石、滑石、粘土等等。

本发明的洗涤剂组合物优选堆积密度至少 500g/l，更优选至少 550g/l，更优选至少 700g/升。

根据本发明的洗涤剂颗粒可以用喷雾干燥法、喷雾干燥粉末的后置塔式浓缩法，或完全非塔式的方法，如干燥混合制粒来制取。本文所使用的“非塔式”术语指的是任何一种混合和/或制粒的方法，它无须喷雾干燥就可生产出颗粒，尽管可能用喷雾干燥的材料作原材料。高速混合器/制粒器用于这种混合/制粒是很有利的。采用高速混合器/制粒器的方法，例如在 EP - A - 340 013、EP - A - 367 339、EP - A - 390 251 和 EP - A - 420 317 中有披露。

也可以在急速反应器中进行非塔式生产。合适的急速反应器例如包括可从 VRV SpA Impianti Industriali 购得的急速干燥系统。这种反应器优选例如有一个传热面积至少 10m^2 的干燥区。也优选有一个传热面积至少 5m^2 的冷却区。干燥区传热面积与冷却区传热面积之比一般是 3: 1 到 1: 1，例如约 2: 1。

干燥区可任选在低真空下以有利于除去水份和挥发物。真空可以从 100 Torr 至大气压，这可提供很大的加工灵活性。但是，500 Torr 以上至大气压的真空有利于节省投资又能提供真空操作。

搅拌干燥区和/或冷却区中的物质，可确保对滞留时间和粒度的控制，并增加加工产量。

干燥区中合适的平均滞留时间是小于 5 分钟。特别优选滞留时间小于 4 分钟，最优选尽可能短的滞留时间。

冷却区适合于在不超过 50°C 的温度下操作，优选不超过 40°C ，

例如 30 °C。最好冷却区内部有搅拌以对其中材料提供有效冷却。主动冷却该颗粒，可减少由于颗粒被加热到较高温度所发生的热分解的可能性（与以前披露的情况相比）并减小颗粒的粘性。例如用冷水或经冷却的水（例如约 - 5 °C 的乙二醇水）环绕冷却区，例如在冷却夹套中循环，可以完成所述主动冷却。

可按需要选择在冷却区前面采用二个或多个干燥区。需要的话，可以采用单台设备提供干燥区和冷却区，或换一种方式，采用干燥器和冷却流化床分开的装置。

合适的干燥区大体上是园形截面的，因此该干燥区由园柱形器壁限定。优选上述器壁用注入水、蒸汽或油的加热夹套加热。上述器壁内部优选保持在至少 100 °C 的温度上，优选至少 120 °C。优选干燥区的蒸发速率为每小时每 m² 加热面积 2 到 20kg 水，优选 3 到 15kg 水。

优选冷却区由园柱形器壁限定。当生产过程连续进行时，设备的合适布置是使干燥区和冷却区大体上水平地对准排成一直线，以有利于使材料在大致水平的方向上通过干燥区和冷却区进行高效的干燥、冷却和输送。

本发明适宜的干燥区和优选冷却区内有搅拌工具，对通过上述区域的表面活性剂糊状物和成形颗粒进行搅拌和输送。搅拌工具优选包括一组轴向安装于旋转轴上的径向伸展的叶片和/或刮刀。最好叶片和/或刮刀是倾斜的以实现输送材料的目的，优选与内壁的间隙不大于 10mm，例如 5mm。

市场上购得的 LAS 最通常的是游离酸的形式。与非常不稳定的 PAS 酸不同，LAS 酸十分稳定，且有多家厂商出售，例如 Petralab 550（Petresa）、Deter（Deter）、Marlican（Huls）、Nalkylene 540L（Vista）和 Isorchem L83（Enichem）。它以易于处理、贮存和加工的粘性液体形式提供。

在市场上能购得粉末状已中和的 LAS 酸。

LAS 粉末主要是滚筒干燥或喷雾干燥的，新鲜时具有合适的粉末性质。但是，因为它能从空气中吸潮从而变得粘滞和难以处理，所以很少优选采用。它们的流动性变坏并变得易于结块。市售（购自 Huls）的典型粉末是 Marlan ARL（80 % LAS）、Marlan A390（90 % LAS）、Marlan A396（96 % LAS）、或（购自 Unger）Ufaryl DL90

(90 % LAS) , Ufaryl DL85 (85 % LAS) 、 和 Ufaryl DL 80 (80 % LAS) 。

5 现在市场上能购到的 PAS 是细粉状或面条状的。细粉一般是灰尘样的、含有大量小于 150 微米的粒子。面条状 PAS 通常是由干燥的肥皂片形状的 PAS 经挤压而成, 因而一般情况下其颗粒尺寸很大而孔率很低, 这导致其溶解性能差。为增加洗涤剂组合物中洗涤剂活性物质的含量, 众所周知, 可以有后投料洗涤剂颗粒以使洗涤剂组合物具有高含量活性物质。

10 但是, 细粉状 PAS 和面条状 PAS 一般不适合后投料到洗涤剂组合物中, 因为组合物颗粒和后投料的颗粒, 一般说来, 其粒度不同因而倾向于离析和外观很差。根据本发明的方法可以得到具有高含量洗涤剂活性物质和合适的孔率及粒度等特性的洗涤剂颗粒。

15 根据本发明的洗涤剂颗粒优选具有颗粒体积的 0 % 到 20 % 的孔率, 和如下所述的粒度分布: 至少 80 % 的颗粒具有 180 到 1500 微米的 D (4,3) 颗粒尺寸、优选 250 到 1200 微米, 以及小于 10 % 和优选小于 5 % 的颗粒其直径小于 180 微米。

最好洗涤剂颗粒的长度与直径之比不超过 2 , 更优选大体上是球形的, 以减少在配制的洗涤剂组合物中与其它颗粒离析, 并改善粉末的外观。

20 优选 LAS 阴离子表面活性剂的链长 C₆ 到 C₁₆, 优选 C₉ 到 C₁₅, 最优选从 C₁₀ 到 C₁₄ 的小范围。

如果加入 PAS 的话, PAS 表面活性剂的链长从 C₁₀ 到 C₂₂, 优选 C₁₂ 到 C₁₈, 更优选 C₁₂ 到 C₁₄ 的小范围, 特别优选 Coco PAS 。

25 洗涤剂颗粒根据需要进一步还可含有阴离子表面活性剂、磷酸盐助洗剂和硅铝酸盐助洗剂以及其它表面活性剂和/或非表面活性剂组分。

30 合适的其它表面活性剂可以包括烷基苯磺酸盐、直链烷基醚硫酸盐、羧基合成醇硫酸盐例如 C₁₁ 到 C₁₅ 和 C₁₃ 到 C₁₅ 醇硫酸盐、仲醇硫酸盐和磺酸盐、不饱和的表面活性剂, 例如油酸钠, 油基硫酸盐、烯烃磺酸盐, 或它们的混合物。

特别优选富含 LAS 的颗粒, 即其中 LAS 量超过任何一种其它表面活性剂或非表面活性剂之量, 更优选 LAS 之量超过所有其它表面活性

剂和非表面活性剂组分总量的颗粒。

一般将采用表面活性剂的钠盐。但优选采用把阴离子表面活性剂和中和剂送入干燥区或紧接干燥区前方的入口区，就地形成阴离子表面活性剂这一方法所形成的阴离子组分。

- 5 如果在干燥区内就地形成阴离子组分，在干燥区中放出的中和热就可减少对干燥区外部加热的需求，这对于采用表面活性剂糊状物作原料的方法是有利的。

- 而且，如果前体酸可以液态而不是以水溶液形式送入干燥区中，且中和剂可以浓缩的话也是有利的。与采用表面活性剂糊状物的方法
10 相比，这可以大大减少引入到干燥区中的总水量。所述糊状物为能被泵抽运，可能需要至少 30 % 重量的水份。

- 也可以在加入成层剂之前，直接从前体酸原料形成洗涤剂颗粒，而不采用二步法：先生成表面活性剂接着形成糊状物并干燥从而形成洗涤剂颗粒。其好处是无需生成表面活性剂糊状物（它会带来技术上的
15 的困难），无需输送和贮存糊状物。

前体酸，例如 LAS 或 PAS 酸适合于以液相送入干燥区。因为前体酸可能是热不稳定的，所以优选中和作用足够快进行且基本上反应完全，使得由于升高温度所引起的酸的热分解减到最小，且最好能完全避免。

- 20 前体酸适合在 40 到 60 °C 的温度加入，以确保它处于液态且不会促使其热分解。中和剂可以任何所需温度送入干燥区中。

中和剂适合以水溶液或浆状或固体形态加入。可以采用的常规中和剂，包括碱金属氢氧化物如氢氧化钠和碱金属碳酸盐如碳酸钠，最好以固体材料加入。

- 25 与采用含有预中和表面活性剂的糊状物的方法相比，采用就地中和法可以快速得到产品。

- 搅拌加热区中的前体物质和中和剂（下文称之为原料），一般说来将提供有效热传递并有利于除水。搅拌减少了原料和干燥区器壁之间的接触时间，再加上有效热传递，就减少了导致热分解的“热斑”
30 形成的可能性。而且确保促进干燥，也就使得干燥区中滞留时间缩短/产量增加。

在洗涤剂颗粒中可能存在的其它非表面活性剂组分包括分散辅助

剂, 优选聚合物分散辅助剂, 并更优选尿素、糖、聚烯化氧; 以及下文所述的助洗剂。

如果需要的话, 洗涤剂颗粒可以含有其它有机和/或无机盐。合适的盐类优选钠的柠檬酸盐、碳酸盐、硫酸盐、氯化物。

- 5 当阴离子表面活性剂组分含有 LAS 时, 特别优选洗涤剂颗粒中存在盐。

该盐的含量可高达洗涤剂颗粒重量的 80 %, 优选高达 50 %。

- 除了洗涤剂活性化合物之外, 根据本发明的洗涤剂颗粒还可含有磷酸盐和硅铝酸盐助洗剂, 还可任意含有漂白组分和其它活性成分以
10 增强洗涤性能。附加的后投料洗涤剂助洗剂、漂白组分或其它成分可以任意后投料到洗涤剂颗粒中。

- 附加的洗涤剂活性化合物(表面活性剂)可选自皂类和非皂类的阴离子、阳离子、非离子、两性和两性离子洗涤剂活性化合物及其混合物。许多合适的洗涤剂活性化合物都有商品出售并在文献中有详细描述, 例如, 在 Schwartz、Perry 和 Berch 著的“表面活性试剂和洗涤剂”卷 I 和 II 中。可以优选采用的洗涤剂活性化合物是皂类和合成的
15 非皂类阴离子和非离子化合物。

- 阴离子表面活性剂是本领域专业人员所熟知的。实例包括烷基苯磺酸盐, 特别是烷基链长为 $C_8 - C_{15}$ 的直链烷基苯磺酸盐; 伯和仲烷基硫酸盐, 特别是 $C_{12} - C_{15}$ 伯烷基硫酸盐; 烷基醚硫酸盐; 烯烃磺酸盐; 烷基二甲苯磺酸盐; 二烷基磺基琥珀酸盐; 和脂肪酸酯磺酸盐。
20 一般优选钠盐。

- 可以使用的非离子表面活性剂包括伯醇和仲醇乙氧基化物, 特别是每摩尔醇与平均 1 到 10 摩尔环氧乙烷形成的 $C_8 - C_{20}$ 脂肪醇乙氧基化物, 和更优选每摩尔醇与平均 1 到 10 克分子环氧乙烷形成的 $C_{10} - C_{15}$ 脂肪伯醇和仲醇乙氧基化物。非乙氧基化的非离子表面活性剂包括
25 烷基聚糖苷、甘油单醚, 和聚羧酰胺(葡糖酰胺)。

该洗涤剂组合物中存在的表面活性剂总量以 5 到 60wt % 为适, 虽然根据需要也可以采用这个范围以外的含量。

- 30 一般说来, 本发明的洗涤剂组合物也含有洗涤剂助洗剂。组合物中洗涤剂助洗剂的合适总量是 15 到 60wt %, 优选 12 到 50wt %。

无机助洗剂可以如权利要求 1 中所述作为基本组分, 或若适当的

话可作为任选的共掺助洗剂。在任何一种情况下，这些助洗剂都包括碳酸钠（如果需要的话，如 GB - A - 1 437 950 中所披露的，还可与碳酸钙的晶种联合使用）；晶态和非晶态的硅铝酸盐，例如 GB - A - 1 473 201 中披露的沸石；如 GB - A - 1 473 202 中披露的非晶态硅铝酸盐；和如 GB 1 470 250 中披露的晶态/非晶态混合的硅铝酸盐；和如 EP - B - 164 514 中披露的层状硅酸盐。磷酸盐助洗剂例如可以选自钠的正磷酸盐、焦磷酸盐和三聚磷酸盐。

硅铝酸盐，不管是否作为本发明洗涤剂颗粒的基本成分和/或颗粒状表面成层剂和/或基质粉末的组分，合适的存在总量可以是 1 到 40wt %，
10 优选 1.5 到 20wt %。大多数市售颗粒状洗涤剂组合物中使用的沸石是沸石 A。但是，有利的是可以使用在 EP - A - 384 070 中描述并要求保护的最高铝沸石 P（沸石 MAP）。沸石 MAP 是 P 型碱金属硅铝酸盐，其硅铝之比不超过 1.33，优选不超过 1.15，更优选不超过 1.07。

可以基体粉末呈现的，或作为本发明洗涤剂颗粒的共掺助洗剂或
15 后投料的有机助洗剂，包括聚羧酸盐聚合物，如聚丙烯酸盐，丙烯酸/马来酸共聚物，丙烯酸亚膦酸盐；单体多羧酸盐如柠檬酸盐、葡糖酸盐、氧联二琥珀酸盐、甘油单、二和三琥珀酸盐、羧甲氧基琥珀酸盐、羧甲氧基丙二酸盐、吡啶二甲酸盐、羟乙基亚氨基二乙酸盐、烷基和烯基丙二酸盐和琥珀酸盐；以及磺酸化脂肪酸盐。马来酸、丙烯酸和醋
20 酸乙烯酯的共聚物是特别优选的，因为它可生物降解，从而符合环保要求。并不以上面所列举的作为限度。

特别优选的有机助洗剂是柠檬酸盐，合适的用量是 5 到 30wt %，
优选 10 到 25wt %；以及丙烯酸聚合物，尤其是丙烯酸/马来酸共聚物，合适的用量是 0.5 到 15wt %，优选 1 到 10wt %。优选助洗剂是碱金属
25 盐、尤其是钠盐形式。

合适的助洗剂体系包括晶态层状硅酸盐，例如，购自 Hoechst 的 SKS - 6、沸石，例如，沸石 A 以及任意采用的碱金属柠檬酸盐。

根据本发明的洗涤剂组合物也可含有漂白系，最好是过氧化漂白化合物，例如，无机过盐或有机过氧酸，它们能在水溶液中产生过氧化氢。过氧化漂白化合物可与漂白活性剂（漂白前体）一起使用，以
30 改善低温洗涤剂下的漂白作用。特别优选的漂白体系包括过氧化漂白化合物（优选过碳酸钠，可任选与漂白激活剂一起使用）和过渡金属漂

白催化剂,如 EP - 458 397A 和 EP - A - 509 787 中描述并要求专利保护的。

本发明的组合物可含有碱金属、优选钠的碳酸盐,以增强洗涤效果和容易处理。碳酸钠合适的用量是 1 到 30wt %, 优选 2 到 25wt %。

5 但是,含有很少或不含碳酸钠的组合物也在本发明的范围之内。

加入少量粉末结构剂,例如,脂肪酸(或脂肪酸皂)、糖、丙烯酸盐或丙烯酸盐/马来酸盐聚合物、或硅酸钠,其合适用量为 1 到 5wt %, 可以改善粉末的流动性。

可以出现在本发明的洗涤剂组合物中的物质包括硅酸钠;包括硅酸盐在内的防腐剂;抗再沉淀剂,如纤维素聚合物;荧光剂;无机盐,如硫酸钠、起泡调节剂或发泡剂(如果适宜的话);蛋白分解酶和酯类分解酶;染料;彩色点缀;香料;泡沫控制剂;和织物软化化合物。以上列举的并不试图包括一切。

10 本发明的洗涤剂组合物优选堆积密度至少 500g/l, 更优选至少 550g/升, 更优选至少 700g/升。

现在用下述非限制性的实施例来较详细的解释本发明。

工艺过程

使用有三个相等夹套区段的 1.2m² 的 VRV 设备。液体和粉末的加料口位于第一个热区段的紧前方,在最后二个区段中有中央套加料口。通过这个加料口把沸石加到最后区段中。电动油加热器给前二个夹套区段加热,使用的油温度在 120 °C 和 190 °C 之间。用经过处理的、15 °C 的环流水冷却最后一个区段的夹套。在抽蒸汽的排气风扇上开一个旁路,把通过反应器的补给气流控制在 10 至 50m³/hr 之间。所有实验都是用全速电动机做的,其最高速度为约 30m/sec。

25 配制二份轻苏打/三份 STP 的混合物并经由螺旋进料器通过单一粉末加料口加入。二个螺旋进料器均已校准,一个为添加这种粉末混合物,另一个为添加成层用的沸石。为添加环境温度的 LAS 酸也校准单泵。这是在第一热区段之前、靠近粉末混合物处加入的。

30 准备了一个无沸石对照例和十二个实施例有沸石的样品。详见表 1。某些对照例和实施例的其它粉末性质列于表 2。

在这些实施例中，使用了下述缩写：

D (4,3) = 加权平均颗粒直径；

BD = 堆积密度；

DFR = 动力学流速；

% Comp = 压缩率百分比；

UCT = 未压实的压缩实验。

表 1. 设备条件和对照例与实施例的粉末主要性质

样品	%LAS	%STP	%CARB	%ZEO	B.D.	D.F.R	%COMP	U.C.T
对照例	28.9	45.3	25.8	0	1024	68	7.1	0.7
Ex. 1	38.2	39.8	20.7	1.3				
Ex. 2	43.1	37.0	17.8	2.1	888	144	3.5	0
Ex. 3	49.1	34.0	15.1	1.9	805	148	2.9	0
Ex. 4	53.4	31.8	13.0	1.8	806	149	2.9	0
Ex. 5	57.3	30.0	11.1	1.7	771	145	3.5	0.7
Ex. 6	59.6	27.5	9.1	3.8	771	148	4.1	0
Ex. 7	62.8	26.0	7.6	3.5	734	138	4.1	0
Ex. 8	64.9	24.3	6.2	4.6	707	141	4.7	0
Ex. 9	66.4	22.8	4.9	5.	703	142	5.3	0
Ex. 10	68.0	21.7	3.9	6.4	673	141	7.1	0
Ex. 11	70.0	20.8	3.0	6.1				
Ex. 12	70.9	19.8	2.2	7.1				

- 5 这些结果说明不用沸石的对照例的粉末性能很差，特别是在流速方面。反之，各实施例清楚显示本发明的优点。

表 2. 粉末其它特性

样品	D(4,3) 微米	<180 微米	>1400 微米	分析得出的 % AD	水分 %
Ex. 2	992	3.5	19.0		
Ex. 3				48.6	1.27
Ex. 4	1258	0.3	35.6		

Ex. 8	1202	0.4	27.5	58.6	1.76
Ex. 9	1056	0	20.6	65.6	2.14
Ex. 12	1072	1.2	22.0	70.4	2.53

根据以上披露的内容，结合所附权利要求书限定的本发明范围，对于本领域的专业人员来说，要对上述实施例和其它实施例进行修改就变得显而易见了。