

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl⁷

C11D 17/00

C11D 13/16 C11D 13/18



[12] 发 明 专 利 说 明 书

[21] ZL 专利号 98806953.9

[45] 授权公告日 2004 年 2 月 11 日

[11] 授权公告号 CN 1137982C

[22] 申请日 1998.5.4 [21] 申请号 98806953.9

[30] 优先权

[32] 1997. 5. 16 [33] GB [31] 9710048. 1

[86] 国际申请 PCT/EP98/02789 1998. 5. 4

[87] 国际公布 WO98/53038 英 1998. 11. 26

[85] 进入国家阶段日期 2000. 1. 6

[71] 专利权人 尤尼利弗公司

地址 荷兰鹿特丹

[72] 发明人 P · S · 阿兰 J · M · 科德尔

G · N · 欧文 S · M · 纳达卡蒂

V · M · 奈克 C · A · 奥维顿

F · E · 斯托克 K · 塔维迪

审查员 郑红蕾

[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 钟守期

权利要求书 1 页 说明书 9 页

[54] 发明名称 一种洗涤组合物的制造方法

[57] 摘要

一种洗涤剂条的成形方法, 包括给装在模腔内的洗涤剂组合物施加压力。塑模内的洗涤剂组合物基本上为流体或半固体状态, 并且塑模在施加压力之前基本上是充满的。

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

1. 一种洗涤剂条的成形方法，包括以如下两种方式之一给装在模腔内的洗涤剂组合物施加压力：

(1) 施加至模腔内的洗涤剂组合物的压力通过如下方式传递：将压力施加至在所述模腔外的洗涤剂组合物的进料上，使得施加至进料的压力传递至模腔内的组合物物料；

其中在将所述压力施加至所述进料之前所述模腔基本上是完全的，并且其中在模腔充满后所述压力持续施加至进料上；
或

(2) 施加至模腔内的洗涤剂组合物的压力通过如下方式产生：密闭或封闭模腔，或者在所述模腔基本上充满后在入口或出口的一点维持外压，然后降低模腔体积；

其中在所述压力产生之前，所述洗涤剂组合物基本上充满模腔体积，并且随着模腔体积降低，所述压力持续施加至洗涤剂组合物物料。

2. 根据权利要求 1 的方法，其中施加至模腔外的进料的压力施加至其中有进料的模腔外的贮槽、颈状物和储液槽。

3. 根据权利要求 1 的方法，其中施加至模腔外的进料的压力以适当的施压装置施加。

4. 根据权利要求 3 的方法，其中所述装置是柱塞或活塞。

5. 根据权利要求 1 的方法，其中模腔的体积通过移动其壁或它的一部分而降低。

6. 根据权利要求 1 的方法，其中当最初施加压力时，洗涤剂组合物在模腔内基本上为流体或半固体状态。

7. 根据权利要求 1 的方法，其中当至少部分洗涤剂组合物正在固化时，给装在模腔内的洗涤剂组合物施加压力。

8. 根据权利要求 1 的方法，其中装在模腔内的洗涤剂组合物包含分散在其中的可压缩性气体组分。

9. 根据权利要求 1 的方法，其中给装在模腔内的洗涤剂组合物施加压力的时间少于 2 分钟。

一种洗涤组合物的制造方法

技术领域

- 5 本发明涉及一种洗涤剂条的成形方法和由此形成的洗涤剂条。该洗涤剂条可供个人清洗或织物清洗用。

背景

- 洗涤剂条的常规生产方法之一是浇铸法。在浇铸过程中，将一种加热的、流动的和易于倾倒状态的洗涤剂组合物加入一个塑模内所希望形状的封闭空腔的顶部，并降低组合物的温度直到其全部或部分固10 化，以致于洗涤剂条可用手搬运。塑模通常是两部分，打开塑模可将条取出。

- 为了可以浇铸成型，洗涤剂制剂在升高的使用温度下必须是流动的和易于倾倒的。洗涤剂熔化物，一旦在塑模中，会缓慢地和不均匀15 地冷却。这会导致不希望有的结构取向和组分的分离。

可能希望洗涤剂制剂在这样的条件下形成洗涤剂条，即它们处于用常规方法浇铸时没有足够的流动性的状态。在这种情况下，可用压力将洗涤剂组合物输送到塑模内，例如在注模法中。洗涤剂组合物在模腔内仍需要进一步的冷却和固化。

- 20 这些方法的的一个主要问题是，洗涤剂组合物当其冷却和固化时，会在塑模内收缩。这是极其不希望的，因为模腔用来赋予条特殊形状并且常常还会有某类标识语。收缩性可导致条中的凹痕、褶皱或孔隙，或者填充点凹陷。这些条的缺陷中的哪一个会发生，取决于诸如洗涤剂组合物填充时的性质，所使用的冷却机制，以及塑模的样式25 和表面等因素。

- 尤其与半固态洗涤剂组合物输送到塑模内有关的另外一个问题是，在条中形成“结合线”。不被理论所限制，人们认为当物料被送往模腔时，随着物料的加入和腔的填充，会产生物料的流体前沿。最终条中的结合线就是在模腔内没有混合在一起的洗涤剂物料的流体30 前沿之间界面的结果。这种结合线对消费者来说是可见的，并可导致条的缺陷，该缺陷又转过来导致使用中的裂开。

因此，需要一种将洗涤剂组合物形成具有良好外观和物理特性的

质量优良的条的方法。这种方法应该能防止到现在为止与收缩性有关的缺陷的产生,而且,应该使洗涤剂组合物以任意所希望的物理形态送入塑模中,并且形成的条可以是任意所希望的形状,如果需要,可以有轮廓分明的标识语。

- 5 WO 96/25481(Unilever)和 US 2, 813, 078(American Cynamid)公开了在模压机中分别压挤颗粒状或造丸的物料而制成洗涤剂组合物的固体块或片的方法。

US 2987484(Procter & Gamble)公开了一种密闭模模塑方法,其中加热的合成洗涤剂 and 粘合剂载体的非皂流体熔融混合物通过小孔迅速注入基本密闭的模中,该流体混合物可固化为保持形状不变的形式。

本发明人发现如果给装在模腔内的、基本上为流体或半固体状态的洗涤剂组合物施加一定的压力,那么与洗涤剂组合物随冷却而造成收缩有关的问题就可以减小。

- 15 此外,从半固体物料形成条时所遇到的问题例如结合线可以减轻,并可得到较好的标识语清晰度。

发明概述

本发明的第一个方面提供了一种洗涤剂条的成形方法,该方法包括给装在模腔内的洗涤剂组合物施加一定压力,其特征在于施加压力时,模腔基本上是充满的,并且当最初施加压力时,洗涤剂组合物基本上是流体或半固体状态的。

为维持模腔内洗涤剂物料的总容积并改善形状再现,当模腔内洗涤剂组合物的体积随着冷却和收缩而减小时,可将另外的洗涤剂组合物加到模腔内。

- 25 因此,本发明的第二个方面提供了一种洗涤剂条的成形方法,该方法包括将洗涤剂组合物送入模腔内直至模腔基本上充满,然后通过以流体形式与装在腔内的物料相接触的洗涤剂组合物的进料上施加一定的压力,从而对模腔内的洗涤剂组合物产生压力。

如果被送入塑模内的洗涤剂组合物含有大量可压缩物质例如气体,那么当给装在塑模内的洗涤剂组合物施加压力时,可压缩物质的体积将会减小。如果继而将模腔封闭,随后发生的洗涤剂物料的体积减小(例如冷却时的收缩)能使可压缩气体的体积增加,因而可保持

条的整体形状和体积。

因而，本发明的另外一个方面提供了一种洗涤剂条的成形方法，该方法包括给装在模腔内的洗涤剂组合物施加一定压力，其特征在于该洗涤剂组合物含有一种分散在其中的可压缩气体。

- 5 除非更通常地规定，本文中涉及本发明或涉及任何优选特征的资料适用于本发明的所有方面。

发明详述

- 被送入塑模内的洗涤剂组合物可以是任何能够被送入塑模内的形式。例如，组合物可以基本上是流体（例如熔融的，熔融分散体，
10 液体），基本上是半固体或几乎是固体形式，只要组合物足够塑性以使物料能够送入塑模内，这对本领域技术人员来说是可以理解的。

本发明预计那些不易于流动和倾倒（即不能进行浇铸成形）的洗涤剂组合物可通过例如注塑法的技术被送入塑模内，并使其形成条。

- 洗涤剂组合物优选以一种基本上流体或半固体形态进入模腔
15 内。如果组合物中存在充足的结构，以致于其不再表现为简单的液体，此时可认为洗涤剂组合物是一种半固体形态，这对本领域技术人员来说是能够理解的。下文中所用的术语“熔化物”，包括基本上为流体或半固体状态的洗涤剂组合物。

- 当施加在塑模上的压力通过一个小的截面积例如在塑模的入口
20 处施加时，如果模腔内的物料在施加压力前就固化到一种非常高的程度，将不会获得本发明的益处，这对于本领域技术人员是很清楚的。因此，当首次施加压力时，塑模内的物料基本上是流体或半固体状态。

- 物料应该是这样的，其可传导例如在模腔入口处施加的压力，使其通过腔内的物料。
25

优选地，给装在模腔内的洗涤剂物料施加压力，同时其中的至少部分洗涤剂物料正在固化。

塑模在施加压力时基本上是充满的。

- 用于洗涤剂条制造的塑模一般包括一个由刚性材料界定的空
30 腔。塑模一般包括两个（或多个）刚性的互补模部分，其在啮合处界定了一个在浇铸法或注塑法中相应于所要制造物体的总体形状的空腔和一个入口。将洗涤剂熔化物通过塑模的一个小孔或“入口”送入

模腔内。入口一侧开向空腔，另一侧开向一个颈状物（例如一个小的通道），通过该颈状物洗涤剂组合物可被送入模腔内。颈状物可设计为能容纳相对较大量的洗涤剂物料，例如如果需要可高达模腔体积的20%。

5 塑模通常由高传热性物质如铝构成。这有助于熔化物的冷却并因此缩短了条的脱出时间。塑模的设计应能使其能承受预计施加的压力而没有泄漏，例如在塑模部件之间提供适宜的密封方式如“唇状物”和凹槽，垫圈等。塑模也能在入口处被密封，或者通过与输送洗涤剂物料的设备相接触，或者借助于一个单独的密封装置如阀门或闸门。

10 在常规的浇铸法中，将一种基本上为流体状态并通常在较高温度

下的洗涤剂熔化物送入塑模内，直到模腔充满。如果输送的洗涤剂组合物不是流体形式，可给洗涤剂组合物施加压力，以便将其送入模腔内。

洗涤剂物料一旦进入模腔内便会冷却，且这会导致洗涤剂物料的体积减小。这可能导致任何以下情况发生：洗涤剂物料离开塑模壁，常常先从塑模壁的一部分脱开；洗涤剂物料从条的内部缺陷处收缩，在条内留下一个“孔”或者空隙；洗涤剂物料在入口处收缩，在那里留下一个凹槽（“凹陷的斑痕”）。缺少与塑模壁接触会在条的表面看到凹痕或褶皱。任何在入口处的凹槽也是容易看到的。可以通过透射X-射线技术无干扰地证明条内部缺陷的存在。

尤其与输送半固态洗涤剂组合物到塑模内有关的一个问题是，在条中形成“结合线”。不被理论所限制，人们认为当物料被送往模腔时，随着物料的加入和腔的填充，腔内会产生物料的流动前沿。最终条中的结合线就是在模腔内部没有很好地混合在一起的洗涤剂物料的流动前沿之间界面的结果。这种结合线对消费者来说是可见的，并可导致条的薄弱点，该缺陷又转过来导致使用中的裂开。这些结合线也可通过X-射线技术检测到。

塑模可被填充至入口处（即只有模腔可被填充），或者加入更多的物料，使其位于，例如塑模的颈部。

在模腔被充满，然后立即与进料装置断开的情况下，任何前面提到的现象都可能出现。

如果在模腔进口处的物料，或塑模颈部的物料很快固化，随后腔内物料的收缩可能导致内部孔隙和/或表面花纹。如果进入模腔的地方仍是熔化状态，在入口位置的凹槽/缺陷是很有可能的。

根据本发明的方法，一旦模腔充满，给装在模腔内的洗涤剂组合物施加一定的压力。可通过任意适宜的装置来施加压力，例如用液压法或靠压缩空气来驱动活塞或柱塞。

在一个优选的实施例，将一定压力施加在洗涤剂组合物进料上，该洗涤剂组合物进料以流体形式与模腔内的洗涤剂组合物接触，为的是迫使更多的物料进到模腔内，因而使模腔内的洗涤剂组合物处于加压状态之下。然后可将模腔密封或封闭，并使装在其中的物料冷却和固化。

施加了压力的洗涤剂物料的进料，可以是和装在模腔内的洗涤剂组合物相同或不同的洗涤剂组合物。

一旦对塑模内的物料施加一定的压力，不是封闭或密封塑模或模腔，而是通过将压力持续施加在洗涤剂组合物进料上，该压力便可持续施加在模腔内的洗涤剂组合物上，该洗涤剂组合物进料是以液体形式与装在模腔内的洗涤剂组合物接触的。将压力持续施加到洗涤剂组合物进料上意味着维持模腔内物料上原有的压力或者甚至使其增加。

当然，如果将压力施加在洗涤剂进料上，为的是使装在模腔内的物料产生一定压力，那么洗涤剂进料必须能够传递此压力，即优选是流体或半固体状态。在这点上，必须通过加热洗涤剂进料使其保持在某个最低温度以上。当然，现有的任何加热方式都不应该在很大程度上影响塑模内发生的固化过程，即其不应在很大程度上加热塑模或塑模内的物料，而只能加热塑模外的物料。

在一个优选的实施例中，将一种洗涤剂熔化物送入一个塑模内，该塑模包括一个腔，一个入口和入口另一侧用于贮存洗涤剂组合物的一个贮槽（例如颈状物或储液槽），以致于腔充满时，贮槽内还有一些“剩余的”洗涤剂组合物。随后使用适宜的加压方式，如，举例来说一种柱塞或活塞，往贮槽内的洗涤剂组合物上施加压力。

就注模法来说，给洗涤剂组合物的进料施加压力以便使其能进入塑模内，加在洗涤剂组合物进料上使其输送到模腔内的压力，可以在模腔充满后继续施加到洗涤剂组合物的进料上。

用本发明的方法使模腔内产生的压力可以很高。例如，这种压力可高达 1000 p. s. i. (6.89Mpa)。一般可使用 50 - 800 p. s. i. (0.34-5.52Mpa) 的压力。压力不必是随施加时间恒定的，即压力可以升高或降低。

所有的压力值均是 p. s. i. 压力计值 (psig)，即高于大气压力的程度。

模腔充满之后再给洗涤剂组合物加压的时间将是不同的，除其它因素外，还取决于被送入塑模的洗涤剂组合物的性能，和使用的冷却方式。例如，以基本上流体状态和高温下输送到塑模内的组合物，可能比基本上半固体状态和/或在较低温度下输送到塑模内的组合物需要较长的时间。

此时间一般少于 2 分钟，优选少于 1 分钟，更优选少于 30 秒，最优选少于 10 秒。此时间可以很短，例如少于 1 秒。

在施加压力的同时可将塑模密封，例如通过阀门或闸门，或者施加压力至少足够长的一段时间，使得进入塑模处（例如入口处）的物料基本上固化，即在入口处形成一个密封，以致于任何进一步施加的压力不再传递到模腔内的物料上。

不被理论所限制，人们认为当洗涤剂组合物进入模腔时，最靠近模腔壁的物料会比模腔中心的物料更快地冷却和固化。这导致在一个更多熔化的核周围形成一个“壳”。当塑模充满时，如果塑模的温度低于熔化物的温度，这种壳会很快形成。

因为入口处没有冷的金属壁，形成的壳将会较薄，不完全或甚至不存在。一旦“壁壳”形成，并且相对于剩余熔化物是刚性的，因而进一步的体积减小将会在入口处发生。入口处的熔化物将会被拉进模腔内。如果模腔外的入口处存在熔化的物料，例如在颈部，此物料也会被拉进模腔内。

另一种在模腔内的物料上产生压力的方法是，在模腔基本上充满后使其密封或封闭，然后减小模腔的体积。这通过例如移动模腔壁或它的一部分是可以实现的，例如塑模内侧的标识语可进一步移入模腔内。后一种方法具有附加的优点，其可改善标识语的清晰度。在一种可供替代充满后密封或封闭塑模的方案中，在模腔的任意出口/进口处，如入口处，对腔内的洗涤剂物料维持一定的外部压力，为的是当模腔体积减小时，可维持或者甚至增加装在腔内物料的压力。

本发明还提供了用洗涤剂组合物部分填充模腔，然后减小模腔的体积，直到洗涤剂组合物充满腔的体积，并且在其中的物料上施加压力。

在一个优选的实施例中，形成条的洗涤剂组合物包含可压缩的组分，例如一种气体组分。洗涤剂组合物可被充气，或存在通过制造方法产生的气体（例如混合步骤或通过化学反应）。周围环境条件下的气体的体积可能足以造成漂浮的条，例如，或可能足够小以致不被消费者察觉，例如低于体积的 5%，优选低于体积的 2%。包含一种可压缩气体组分的洗涤剂组合物被输送到模腔内，直到腔基本上充满，然后将一定压力施加在洗涤剂组合物进料上，该洗涤剂组合物进料以

流体形式与塑模内的洗涤剂组合物接触，为的是迫使更多的物料进到模腔内。模腔内洗涤剂组合物中的可压缩组分（即气体）将被压缩和加压，更多的洗涤剂物料将进入模腔内。然后可将塑模密封或封闭，或者如前面所描述的，可在洗涤剂组合物上保持压力一段时间，该洗涤剂组合物是以流体形式与模腔内物料接触的。当腔内的“非压缩性”物料冷却并体积减小时，可压缩性组分所占的体积将会增加。

另一方面，本方面提供了一种由本发明的方法得到的洗涤剂条。

“洗涤剂条”指的是一种固体的、有形物体，如片状、块状或条状，其中包括皂、合成洗涤剂活性物或其混合物的表面活性剂的含量至少是基于条的 5% 重量。洗涤剂条还可包括给予或保持皮肤所希望性能的有益试剂。例如，可包括保湿剂。

洗涤剂组合物可包括均一组分或组分的混合物，或者可包括悬浮或分散在一种连续相中的物料。

实例

实例

用注模法将洗涤剂制剂 A 加工成洗涤剂条。将洗涤剂组合物用一种注射装置送入模腔内，该注射装置包括一个注射室，一个致动器，和一个喷管。

洗涤剂组合物 A 当其在 50 - 55 C 的温度下进入模腔时是一种半固体状态。在所有试验中，塑模在填充之前为环境温度，通过在塑模外周围装填固体 CO₂ 规定的一段时间来实现冷却，加上将塑模在环境温度下另外保持 5 分钟。

制剂 A 如下：

	活性物重量 %
直接酯化的脂肪酸羟乙磺酸盐	27.8
硬脂酸钠	14.6
丙二醇	17.8
硬脂酸	12.8
PEG8000	9.7
椰油酰胺丙基甜菜碱	4.9
石蜡	2.9
羟乙磺酸钠	0.4

水	5.6
微量添加剂(防腐剂, 香精, 着色剂等)	2.5
总量	100

表 1 中的“持续时间”指的是, 模腔充满后压力持续施加在注射室内洗涤剂组合物进料上的那段时间。在持续时间结束后, 将塑模与进料装置断开。

- 5 在注射室内刚好喷管进口以上处测得的压力记录为表 1 中的最大注射压力。“持续时间”期内的模腔内部(即在侧壁)平均压力记录为表 1 中的平均塑模压力。

这些试验表明条的表面质量可通过给塑模内的洗涤剂组合物施加压力得到改善。在任何一种条中都没有观察到结合线。

10

表 1

试验	填充温度 (°C)	塑模体积 (g)	冷却的固体 CO ₂ (分钟)	脱出的容易性	持续时间 (s)	平均塑模压力 (psig) (Mpa)	最大注射压力 (psig) (Mpa)	外观
1	53	125	0.5	一侧轻微粘合	0.25	206 (1.42 Mpa)	206 (1.42 Mpa)	有凹痕, 主要在一侧
2	53	125	0.5	易	1	150 (1.03 Mpa)	260 (1.79 Mpa)	很轻微凹痕
3	52	125	0.5	易	6	155 (1.07 Mpa)	204 (1.41 Mpa)	无凹痕, 表面很好
4	53	125	0.5	易	6	165 (1.14 Mpa)	234 (1.61 Mpa)	无凹痕, 表面很好