(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号
特許第5108403号
(P5108403)
(45)発行日　平成24年12月26日(2012.12.26)　(24)登録日　平成24年10月12日(2012.10.12)

(51)Int.Cl.		F I		
C11D 11/00	(2006.01)	C11D	11/00	
B01J 2/00	(2006.01)	B01J	2/00	A
C11D 1/14	(2006.01)	C11D	1/14	

請求項の数 7　(全 8 頁)

(21)出願番号　特願2007-184282(P2007-184282)
(22)出願日　平成19年7月13日(2007.7.13)
(65)公開番号　特開2009-19159(P2009-19159A)
(43)公開日　平成21年1月29日(2009.1.29)
審査請求日　平成22年6月14日(2010.6.14)

(73)特許権者　000000918
花王株式会社
東京都中央区日本橋茅場町１丁目１４番１０号
(74)代理人　100087642
弁理士　古谷　聡
(74)代理人　100076680
弁理士　溝部　孝彦
(74)代理人　100091845
弁理士　持田　信二
(74)代理人　100098408
弁理士　義経　和昌
(72)発明者　藤岡　徳
和歌山県和歌山市湊１３３４　花王株式会社研究所内

最終頁に続く

(54)【発明の名称】アニオン界面活性剤粉粒体の製造方法

(57)【特許請求の範囲】
【請求項１】
攪拌翼を有する造粒機を用い、アニオン界面活性剤粉体に水を添加しながら、造粒機内の粉粒体の温度を造粒機内圧力における水の沸点より０．５～３０℃高い温度に保持して造粒する、アニオン界面活性剤粉粒体の製造方法。
【請求項２】
造粒機内の粉粒体の温度が０～１００℃である、請求項１記載の製造方法。
【請求項３】
造粒機内圧力が０．６７～４０ｋＰａである、請求項１又は２記載の製造方法。
【請求項４】
アニオン界面活性剤が下記式（Ｉ）で表されるアルキル又はアルケニル硫酸塩である、請求項１～３いずれかに記載の製造方法。
$(R^1O\text{-}SO_3)_pM^1$　（Ｉ）
（式中、R^1は炭素数８～２４の直鎖又は分岐鎖のアルキル基又はアルケニル基、M^1は陽イオン、ｐはM^1の価数であって１又は２を示す。）
【請求項５】
攪拌翼を有する造粒機が、更に解砕翼を有する造粒機である、請求項１～４いずれかに記載の製造方法。
【請求項６】
水の平均添加速度が、造粒機内に仕込んだアニオン界面活性剤の原料粉体１ｋｇあたり

０．０１～５ｋｇ／ｈｒである、請求項１～５いずれかに記載の製造方法。
【請求項７】
粉粒体の水分量を０．３～２．５重量％に保持する、請求項１～６いずれか記載の製造方法。
【発明の詳細な説明】
【技術分野】
【０００１】
本発明は、アニオン界面活性剤粉粒体の製造方法に関する。更に詳しくは、例えば、衣料用洗剤、台所用洗剤、歯みがき用発泡剤、シャンプー用粉体、乳化重合用乳化剤、医薬品用乳化剤、化粧品用乳化剤、セメント発泡剤等に好適に使用し得るアニオン界面活性剤粉粒体の製造方法に関する。
【背景技術】
【０００２】
アニオン界面活性剤は、他の界面活性剤又はビルダーと混合することにより、衣料用洗剤、台所用洗剤、歯みがき用発泡剤などをはじめ、医薬品用乳化剤、化粧品用乳化剤、その他洗浄剤等に使用されている。
【０００３】
従来、アニオン界面活性剤粉粒体は、アニオン界面活性剤水溶液、水スラリー又はペースト(以後、これらを単にアニオン界面活性剤水溶液等と記す)を乾燥したものか、あるいは更に粉砕や造粒を施しパウダー状、ニードル状、ヌードル状、フレーク状等に加工したものが知られている。又、従来からアニオン界面活性剤粉粒体を製造するには、アニオン界面活性剤水溶液等を出発原料として、水分を除去する事により乾燥、又は乾燥の後粉砕や造粒等の２次加工を行って製造されている。
【０００４】
例えば、従来のアニオン界面活性剤粉粒体の製造法としては、水分含有量６０～７０重量％の低濃度スラリーを噴霧乾燥させる方法（特許文献１、特許文献２）、固形分濃度６０～８０重量％のアルキル硫酸塩の高濃度スラリーを噴霧乾燥させる方法（特許文献３）等の噴霧乾燥法による方法がある。特許文献４には、水分含有量２０～３５重量％の高濃度洗剤ペースト原料を、真空薄膜乾燥機を用いて乾燥させる方法が開示されている。
【特許文献１】特開昭５５－６９６９８号公報
【特許文献２】特開昭５３－３９０３７号公報
【特許文献３】特開昭５４－１０６４２８号公報
【特許文献４】特開平２－２２２４９８号公報
【発明の開示】
【発明が解決しようとする課題】
【０００５】
アニオン界面活性剤粉粒体を使用する際、該アニオン界面活性剤粉粒体は速やかに溶解することや他の粉体原料と混合して用いる場合には該アニオン界面活性剤粉粒体が均一に分散することが重要な性能である。この様な理由から、該アニオン界面活性剤粉粒体の平均粒径は小さい方が好ましい。またハンドリング時に微粉は空中に飛散することから、微粉は少ないことが好ましい。更に流動性が良いことが好ましい。
【０００６】
上記特許文献に記載の噴霧乾燥や乾燥した後で粉砕処理を施して得られたアニオン界面活性剤粉粒体は微粉が多く、流動性が悪いという問題があった。
【０００７】
本発明の課題は、適度な粒径を持ち、微粉が少なく、流動性が良好なアニオン界面活性剤粉粒体を提供することにある。
【課題を解決するための手段】
【０００８】
本発明は、攪拌翼を有する造粒機を用い、アニオン界面活性剤粉体に水を添加しながら

、造粒機内の粉粒体の温度を造粒機内圧力における水の沸点より０．５～３０℃高い温度に保持して造粒する、アニオン界面活性剤粉粒体の製造方法を提供する。

【発明の効果】

【０００９】

本発明の製造方法により得られるアニオン界面活性剤粉粒体は、微粉が少なく、流動性が良好である。

【発明を実施するための最良の形態】

【００１０】

[アニオン界面活性剤]

本発明に用いられるアニオン界面活性剤としては、特に限定されないが、アルキル又はアルケニル硫酸塩、ポリオキシアルキレンアルキル又はアルケニルエーテル硫酸塩、α－オレフィンスルホン酸塩、アルキルベンゼンスルホン酸塩、α－スルホ脂肪酸塩又はエステル塩、アルキル又はアルケニルエーテルカルボン酸塩等が挙げられる。これらの中では、発泡性、洗浄性能の観点から、アルキル又はアルケニル硫酸塩、ポリオキシアルキレンアルキル又はアルケニルエーテル硫酸塩が好ましく、アルキル又はアルケニル硫酸塩が特に好ましい。塩としては、アルカリ金属塩、アルカリ土類金属塩、アンモニウム塩、アルカノールアミン塩等が挙げられる。これらの塩の中では、アルカリ金属塩が好ましく、ナトリウム塩やカリウム塩、及びそれら塩の混合物も好ましい。

【００１１】

これらのアニオン界面活性剤の内、下記式（Ｉ）で表されるアルキル又はアルケニル硫酸塩、及び下記式(II)で表されるポリオキシアルキレンアルキル又はアルケニルエーテル硫酸塩からなる群より選ばれる少なくとも１種がより好ましく、式（Ｉ）で表されるアルキル又はアルケニル硫酸塩が更に好ましい。

【００１２】

$(R^1O\text{-}SO_3)_pM^1$ （Ｉ）

（式中、R^1は炭素数８～２４の直鎖又は分岐鎖のアルキル基又はアルケニル基、M^1は陽イオン、ｐはM^1の価数であって１又は２を示す。）

$(R^2O\text{-}(AO)_mSO_3)_qM^2$ (II)

（式中、R^2は炭素数８～２４の直鎖又は分岐鎖のアルキル基又はアルケニル基、Ａは炭素数２～４のアルキレン基を示し、ｍ個のＡは同一であっても異なっていても良い。ｍはアルキレンオキサイドの平均付加モル数を示す０．０５～２０の数である。M^2は陽イオン、ｑはM^2の価数であって１又は２を示す。）

一般式（Ｉ）及び(II)において、R^1及びR^2の炭素数は、粉粒体の耐ケーキング性及び溶解性等の観点から、８～２０が好ましく、１０～１８が更に好ましい。Ａは、炭素数２～４、更に２のアルキレン基が好ましい。ｍは、優れた粉体特性を得、また粉粒体の耐ケーキング性を向上させる観点から、好ましくは０．０５～２、更に好ましくは０．１～１、より好ましくは０．２～０．８である。M^1及びM^2は、Na、K等のアルカリ金属原子、Ca、Mg等のアルカリ土類金属原子、又はアルカノール置換もしくは無置換のアンモニウム基が好ましく、更にアルカリ金属原子、特にNaが好ましい。

【００１３】

上記式（Ｉ）で表されるアルキル又はアルケニル硫酸塩は、例えば、炭素数８～２４、好ましくは８～２０のアルコール（以下高級アルコールという）を、硫酸化し、中和することにより得られる。また、式(II)で表されるポリオキシアルキレンアルキル又はアルケニルエーテル硫酸塩は、例えば、高級アルコールにアルキレンオキサイドを平均付加モル数０．０５～２０、好ましくは０．０５～２となるように付加した高級アルコールのアルキレンオキサイド付加物を、硫酸化し、中和することにより得られる。

【００１４】

[アニオン界面活性剤粉粒体]

本発明のアニオン界面活性剤粉粒体は、アニオン界面活性剤自体の機能を有効に発揮させる観点から、粉粒体全量に対し、アニオン界面活性剤を好ましくは８０重量％以上、よ

り好ましくは９０重量％以上、更に好ましくは９５重量％以上含有する。

【００１５】

本発明のアニオン界面活性剤粉粒体は、アニオン界面活性剤以外に更に水溶性無機塩を含有しても良い。水溶性無機塩としては、例えば、塩化ナトリウム、芒硝、炭酸ナトリウム等が挙げられる。本発明のアニオン界面活性剤粉粒体中の水溶性無機塩の含有量は、特に限定されないが、アニオン界面活性剤の固形分量を高く保つ観点から、アニオン界面活性剤１００重量部に対して、１０重量部以下、好ましくは２重量部以下である。

【００１６】

本発明のアニオン界面活性剤粉粒体は、アニオン界面活性剤以外の界面活性剤を含有することができる。アニオン界面活性剤以外の界面活性剤としては、カチオン界面活性剤やノニオン界面活性剤が挙げられる。

【００１７】

本発明のアニオン界面活性剤粉粒体の水分は、０．３～２．５重量％が好ましく、耐ケーキング性の観点から２．０重量％以下が更に好ましく、ダスト量を低減させる観点から０．５重量％以上が更に好ましい。粉粒体の水分は、加熱減量法、蒸留法、カールフィッシャー法（ＪＩＳ　Ｋ　0068）等の方法で測定されるが、本明細書中の水分量は、カールフィッシャー法（ＪＩＳ　Ｋ　0068）で測定した値である。

【００１８】

本発明のアニオン界面活性剤粉粒体の平均粒径は、溶解性及びハンドリングの観点から、０．１ｍｍ～５．０ｍｍが好ましく、０．２～３．０ｍｍがより好ましく、０．２～２．０ｍｍが更に好ましい。

【００１９】

なお、本明細書において、アニオン界面活性剤粉粒体の平均粒径は、ＪＩＳ　Ｚ　８８０１の標準篩を用いて５分間振動させた後の篩目のサイズによる重量分率から求めた値である。

【００２０】

[アニオン界面活性剤粉粒体の製造法]

本発明のアニオン界面活性剤粉粒体の製造法は、攪拌翼を有する造粒機を用い、アニオン界面活性剤粉体に水を添加しながら、造粒機内の粉粒体の温度を造粒機内圧力における水の沸点より０．５～３０℃高い温度に保持して造粒する方法である。

【００２１】

原料粉体に含有される未反応物は、純度や、粉粒体の耐ケーキング性の観点から、アニオン界面活性剤に対し５重量％以下が好ましく、２重量％以下がより好ましい。また、未反応物が少ないほど小粒径の製品が得られやすくなるので、１．５重量％以下が更に好ましく、１．３重量％以下が特に好ましく、１．０重量％以下が最も好ましい。ここで、未反応物とは、アニオン界面活性剤製造時に硫酸化されなかったアルコール、アルコキシレート、更には反応から副生した微量のハイドロカーボン、ワックス等が挙げられる。

【００２２】

原料粉体の平均粒径は、乾燥速度と最終造粒物の粒度制御のし易さや、ハンドリング性の観点から、０．０３～０．５ｍｍが好ましく、０．０５～０．４ｍｍが更に好ましい。

【００２３】

なお、本明細書において、原料粉体の平均粒径は、エアジェットシーブ２００ＬＳ－Ｎ（ホソカワミクロン（株）製）を用いて測定した値である。

【００２４】

原料粉体を得る際に用いられる粉砕機としては、例えば、アトマイザー（不二パウダル（株）製）、フィッツミル（（株）ダルトン製）、パルベライザー（（株）ダルトン製）、パワーミル（パウレック（株）製）、コーミル（Quadro社製）等が挙げられる。

【００２５】

本発明の製造方法において、造粒機内の粉粒体の温度は、好ましい粉粒体の粒径を得る観点から、造粒機内圧力における水の沸点より０．５～３０℃高い温度で造粒することが

好ましく、１～２０℃高い温度で造粒することがより好ましく、１～１７℃高い温度で造粒することが更に好ましい。水の沸点より０．５～３０℃高い温度で造粒することが好ましい理由としては、粉粒体の水分量が造粒に適した０．３～２．５重量％に保たれるためと推定される。更に水を添加しながら造粒を行なうことにより、粉粒体の平均水分量よりも粉粒体表面の水分量の方が多くなって粉粒体表面の熱可塑性が発現しやすくなる結果、好ましい造粒に寄与していると推定される。

【００２６】

また、造粒機内の粉粒体の温度は、低くなり過ぎると高真空が必要となり大きなエネルギーが必要となることがあり、高すぎると生産性が低下すると共に高温の熱源が必要となり、熱分解のリスクが高まるので、０℃以上が好ましく、２０℃以上がより好ましく、３０℃以上が更に好ましい。また、１００℃以下が好ましく、８５℃以下がより好ましく、７５℃以下が更に好ましく、７０℃以下が特に好ましい。又、粉粒体の温度変化が、好ましくは±５℃以内、より好ましくは±２℃以内、更に好ましくは±１℃以内となるように制御しながら造粒を行なうことが好ましい。

【００２７】

このように温度変化を制御する方法としては、水の添加量及び添加速度、造粒機内の圧力、造粒機内のジャケット温度、造粒機の攪拌翼のフルード数等を適切に調整する方法が挙げられる。

【００２８】

造粒機内の圧力は、操作時の品温を低くして、水溶液及び造粒物の分解を抑制する観点から、４０ｋＰａ以下が好ましく、３０ｋＰａ以下がより好ましく、２０ｋＰａ以下が更に好ましい。一方、真空ポンプへの負担や造粒機の気密性の観点から、０．６７ｋＰａ以上が好ましく、１．５ｋＰａ以上がより好ましく、３．０ｋＰａ以上が更に好ましい。

【００２９】

造粒機の加熱源としては、温水ジャケット、電気トレーシング等が挙げられるが、温水ジャケットが好ましく、またジャケット温度は、１００℃以下が好ましく、更に熱に敏感な原料にも適用させる観点から９０℃以下がより好ましい。

【００３０】

本発明において、造粒機内に添加される水は、アニオン界面活性剤、アニオン界面活性剤以外の活性剤、水溶性無機塩などを含有しても良い。それらの含有量は特に限定されないが、アニオン界面活性剤粉粒体の有効分量を高く保つ観点から、水１００重量部に対して、５０重量部以下、好ましくは１０重量部以下である。

【００３１】

水の平均添加速度は造粒及び温度制御の観点から、造粒機内に仕込んだアニオン界面活性剤の原料粉体１ｋｇあたり０．００１～１０ｋｇ／ｈｒが好ましく、０．０１～５ｋｇ／ｈｒがより好ましく、０．０２～２ｋｇ／ｈｒが更に好ましい。

【００３２】

本発明に用いられる造粒機は、撹拌翼を有するものであり、更に解砕翼を有してもよい。本発明に好ましく用いられる造粒機としては例えば、バッチ式のものとしてヘンシェルミキサー[三井三池化工機（株）製]、ハイスピードミキサー[深江パウテック（株）製]、バーチカルグラニュレーター[（株）パウレック製]、レディゲミキサー[松坂技研（株）製]、プロシェアミキサー[太平洋機工（株）製]等が挙げられ、特に好ましくは、レディゲミキサー[松坂技研（株）製]、ハイスピードミキサー[深江パウテック（株）製]、プロシェアミキサー[太平洋機工（株）製]である。連続式のものとして連続式レディゲミキサー（中速ミキサー：滞留時間が比較的長い）や、高速ミキサーとして（滞留時間が比較的短い）ＣＢリサイクラー（Loedige製）、タービュライザー（ホソカワミクロン（株）製）、シュギミキサー（（株）パウレック製）、フロージェットミキサー（（株）粉研製）等が挙げられる。

【００３３】

更に、本発明に用いる造粒機は、内部の温度（品温）を調節するためのジャケットを具

備するものや、ガス吹き込み操作を行なうためのノズルを具備するものが好適である。このようなより好ましい造粒機の具体例としては、特開平１０－２９６０６４号公報、特開平１０－２９６０６５号公報、特許第３１６５７００号公報記載の造粒機が挙げられる。

【実施例】

【００３４】

例中の％は、特記しない限り重量％である。

【００３５】

実施例１

撹拌翼と解砕翼を有する容量２５００Ｌの造粒機[深江パウテック（株）製、FMD-1200JE型]にアルキル硫酸ナトリウム塩の粉体[EMAL 0：花王（株）製、平均粒径０．３１ｍｍ]を３００ｋｇ入れ、ジャケット温度６５℃、機内圧力１６ｋＰａ、撹拌翼の回転数：７０ｒ／min、解砕翼の回転数：１０００ｒ／minの条件で、粉粒体の温度が６０．０℃になる様に水を供給し造粒を行った。なお、この機内圧力における水の沸点は５５．３℃である。造粒を２．０時間行い、水の平均供給速度は１４．８ｋｇ／ｈｒであり、造粒機内に仕込んだアルキル硫酸ナトリウム塩粉体１ｋｇあたりの水の平均添加速度は０．０４９ｋｇ／ｈｒであった。造粒後、平均粒径１．０８ｍｍで、微粉のない透明感のあるアルキル硫酸ナトリウム塩の粉粒体を得た。

【００３６】

実施例２

実施例１と同じ造粒機にアルキル硫酸ナトリウム塩の粉体[EMAL 0：花王（株）製、平均粒径０．０６ｍｍ]を３００ｋｇ入れ、ジャケット温度６５℃、機内圧力５．３ｋＰａ、撹拌翼の回転数：７０ｒ／min、解砕翼の回転数：０ｒ／minの条件で、粉粒体の温度が３５．３℃になる様に水を供給し造粒を行った。なお、この機内圧力における水の沸点は３３．９℃である。造粒を６．０時間行い、水の平均供給速度は２８．８ｋｇ／ｈｒであり、造粒機内に仕込んだアルキル硫酸ナトリウム塩粉体１ｋｇあたりの水の平均添加速度は０．０９６ｋｇ／ｈｒであった。造粒後、粒径０．８４ｍｍで、微粉のない透明感のあるアルキル硫酸ナトリウム塩の粉粒体を得た。

【００３７】

比較例１

実施例１と同じ造粒機にアルキル硫酸ナトリウム塩の粉体[EMAL 0：花王（株）製、平均粒径０．０５ｍｍ]を５８０ｋｇ入れ、ジャケット温度９０℃、機内圧力４．０ｋＰａ、撹拌翼の回転数：７０ｒ／min、解砕翼の回転数：２０００ｒ／min、水を供給しない条件で、粉粒体温度１１５℃で造粒を試みた。なお、この機内圧力における水の沸点は２９．０℃である。しかし６．５時間後の粉粒体の粒径は０．０５ｍｍであり、造粒物は得られなかった。

【００３８】

比較例２

実施例１と同じ造粒機にアルキル硫酸ナトリウム塩の粉体[EMAL 0：花王（株）製、平均粒径０．０３ｍｍ]を３００ｋｇ入れ、ジャケット温度６５℃、機内圧力５．２ｋＰａ、撹拌翼の回転数：７０ｒ／min、解砕翼の回転数：０ｒ／minの条件で、粉粒体の温度が３４．０℃になる様に水を供給し造粒を行った。なお、この機内圧力における水の沸点は３３．６℃である。造粒を６．０時間行い、水の平均供給速度は４７ｋｇ／ｈｒであり、造粒機内に仕込んだアルキル硫酸ナトリウム塩粉体１ｋｇあたりの水の平均添加速度は０．１６ｋｇ／ｈｒであった。造粒後の粉粒体の粒径は１００ｍｍ（野球ボール大）であり、好ましい粒径の粉粒体は得られなかった。

【００３９】

実施例１～２及び比較例１～２の製造条件、得られたアニオン界面活性剤粉粒体の平均粒径をまとめて表１に示す。

【００４０】

【表１】

			実施例1	実施例2	比較例1	比較例2
造粒条件	機内圧力	[kPa]	16.0	5.3	4.0	5.2
	水の沸点（T1）	[℃]	55.3	33.9	29.0	33.6
	粉粒体温度（T2）	[℃]	60.0	35.3	115	34.0
	温度差（T2−T1）	[℃]	4.7	1.4	86.0	0.4
	ジャケット温度	[℃]	65	65	90	65
	攪拌翼回転数	[r/min]	70	70	70	70
	解砕翼回転数	[r/min]	1000	0	2000	0
	造粒時間	[hr]	2.0	6.0	6.5	6.0
原料粉体の平均粒径		[mm]	0.31	0.06	0.05	0.03
水の平均添加速度（原料粉体1kg当たり）		[kg/hr]	0.049	0.096	—	0.16
アニオン界面活性剤粉粒体の平均粒径		[mm]	1.08	0.84	0.05	100

フロントページの続き

(72)発明者　松元　樹
和歌山県和歌山市湊１３３４　花王株式会社研究所内
(72)発明者　合田　尚
和歌山県和歌山市湊１３３４　花王株式会社研究所内

審査官　坂井　哲也

(56)参考文献　特開２００４－０８３６８２（ＪＰ，Ａ）
特開２００５－０６８４１３（ＪＰ，Ａ）
特開２００３－２９２９９０（ＪＰ，Ａ）

(58)調査した分野(Int.Cl.，ＤＢ名)
Ｂ０１Ｊ　２／００
Ｃ１１Ｄ　１／００－１９／００