(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号
特許第3547053号
(P3547053)
(45)発行日　平成16年7月28日(2004.7.28)　(24)登録日　平成16年4月23日(2004.4.23)

(51)Int.Cl.[7]　F I
C11D 3/395　C11D 3/395
C11D 17/08　C11D 17/08

請求項の数 5　(全 13 頁)

(21)出願番号　特願平6-518946
(86)(22)出願日　平成6年1月6日(1994.1.6)
(65)公表番号　特表平8-507095
(43)公表日　平成8年7月30日(1996.7.30)
(86)国際出願番号　PCT/US1994/000189
(87)国際公開番号　WO1994/019447
(87)国際公開日　平成6年9月1日(1994.9.1)
審査請求日　平成12年10月16日(2000.10.16)
(31)優先権主張番号　08/023,941
(32)優先日　平成5年2月26日(1993.2.26)
(33)優先権主張国　米国(US)

(73)特許権者
エコラボ　インコーポレイテッド
アメリカ合衆国　ミネソタ州　５５１０２　セントポール　エコラボセンター（番地なし）
(74)代理人
弁理士　大塚　康徳
(74)代理人
弁理士　松本　研一
(72)発明者　オルソン,　キース　イー.
アメリカ合衆国　ミネソタ州　５５１２４　アップル　バレー,　エベレス　コート　１３９２５

最終頁に続く

(54)【発明の名称】カプセル入りの漂白剤の源を含むオキシダント漂白剤の成型固形物

(57)【特許請求の範囲】

【請求項１】

成形された固体ハロゲン漂白剤組成物であって、

活性ハロゲン漂白剤の源と、10固体重量％から80固体重量％の活性ハロゲン漂白剤の源が入ったカプセルとを含む連続固体相を有し、

前記カプセルは、活性ハロゲン漂白剤の源と、少なくとも一層のカプセル層とを有することを特徴とする成形された固体ハロゲン漂白剤組成物。

【請求項２】

請求項１に記載の固体ハロゲン漂白剤組成物であって、

前記固体ハロゲン漂白剤組成物は、厚さ10mmから80mmで、直径20mmから150mmを有する円柱形の成形された固形物であり、

前記カプセルは、前記固体相中で均一に分散していることを特徴とする固体ハロゲン漂白剤組成物。

【請求項３】

請求項１に記載の固体ハロゲン漂白剤組成物であって、

前記活性ハロゲン漂白剤は、活性塩素の源を有し、前記活性塩素の源は、塩素化リン酸三ナトリウム、塩素化トリポリリン酸ナトリウム、又はそれらの混合物を有することを特徴とする固体ハロゲン漂白剤組成物。

【請求項４】

請求項１に記載の固体ハロゲン漂白剤組成物であって、

前記連続固体相中の前記活性ハロゲン漂白剤の源、又は前記カプセル中の活性ハロゲン漂白剤の源は、塩素化イソシアヌル酸を有することを特徴とする固体ハロゲン漂白剤組成物。

【請求項５】

請求項１に記載の固体ハロゲン漂白剤組成物であって、

前記連続固体相は、バインダー（成形助剤）を更に有することを特徴とする固体ハロゲン漂白剤組成物。

【発明の詳細な説明】

技術分野

本発明は、漂白または洗浄処理において使用することのできる成型された固形の活性漂白剤の源に関する。活性漂白剤は、台所用品、食器類、調理機具等や、衣類、医療器具、食品製造設備、薬品製造設備等の洗浄を含む多くの洗浄又は衛生処理に共通して使用される。

背景技術

活性ハロゲン漂白剤を含む、多種多様な活性漂白組成が知られている。活性ハロゲン組成は、長年、様々な洗浄又は衛生処理方法において使用されてきた。そのようなハロゲンの源は気体（Cl_2,Br_2等の気体）や、液体（液体次亜塩素酸ナトリウム）や、次亜塩素酸カルシウムや、塩素化トリポリリン酸ナトリウムや、塩素化イソシアヌル酸等の固体として提供されている。固形物を水に溶かして濃縮漂白剤を作ることができる。そのような素材は、洗浄場所へ向けられた液体流の気体又は液体状態のハロゲンの源を計量して供給することによって、処理に使用することができる。固形ハロゲンの源は、洗浄溶液に直接加えたり、塩素の源の水溶液を洗浄場所に計量して供給することによって、様々な洗浄工程で利用することができる。

固形ハロゲン漂白剤の源は水溶液や微粒子パウダーの状態、又は固形タブレットやブロック形態で使用されてきた。固形タブレット又はブロック状の固形活性漂白剤の源については、その分配制御が問題であった。素材のタブレット又はブロックは水溶液ディスペンサーに投入される。そして、ディスペンサーは、一回の漂白でしばしば１から10gのハロゲンを供給するように、様々な濃縮度の漂白剤を供給するための調整することができる。ディスペンサー内では、タブレットは水スプレーから一定の距離をおいて固定される。水スプレーが固体漂白素材の表面に触れる度にその水は漂白剤の一部を溶かし、洗浄／漂白サイクルのための液状濃縮固体が作られる。しかし、タブレットが水を吸収し、タブレット又はブリック全体に染み込むことがある。また、この水はブリックを通り抜け、更には近くのタブレットやブリックに染み込むこともある。吸収された水はタブレット又はブリックにひびを入れ、割ってしまい、粉々の状態、又は「どろどろ」にしてしまうことがある。このような水が染み込んだタブレットでは、濃縮漂白剤を適切に制御して洗浄溶液中に分配することが難しくなる。タブレットが崩れることによってその部分が不規則に放出され、望ましくなく、有害な、不規則な分配を引き起こす結果となり、高濃度のハロゲンが洗浄場所へ供給されることになる。どろどろ、もしくは砕けたタブレットがその質量の相当な割合をディスペンサーへ放出した場合、ディスペンサーは100から300g以上の塩素源を洗浄場所へ放出することとなる。このような高濃度の塩素は、洗浄器又はディスペンサーの金属腐食を引き起こし、また、繊維のダメージや、色の変化、又は他の有害な結果を引き起こすこともある。

有機物又は無機物コーティングで、ハロゲン漂白剤の活性源をカプセルに閉じ込めることは、ブルベイカーによる米国特許番号第4,279,764とブレネンによる米国特許番号第3,637,509と、アイダドソンによる米国特許番号第3,650,961と、アルターマンによる米国特許番号第3,983,254及び3,908,045とにより開示されている。オルソンによる米国特許番号第4,681,914には、鋳造された固体機器洗浄剤中のカプセルに包まれた活性ハロゲンの源の使用が開示されている。オルソンによれば、カプセル入りのハロゲンの源は、苛性ソーダを基礎とする機器洗浄素材を固形化して形成する為に鋳造型素材中で分配される。

従って、ハロゲン水溶液を使用して、分配制御不能の問題無くハロゲンの源の固形質量の

一定割合を分配することのできる固形ハロゲンの源を供給する処理が実質的に必要なのである。

発明の簡単な説明

固形漂白タブレットの分配制御は、カプセル入りのオキシダントハロゲン漂白剤の源を含むオキシダントハロゲン漂白剤の源からタブレットを製造することにより実現される。又は、タブレット又は固形物は、カプセル入りではない粉末又は微粉状の漂白剤の源と、カプセル入りの源との両方で構成することができる。結果として得られるタブレットは、カプセル入りではないオキシダント漂白剤の源と連続的な固体相において分配されたカプセル入りの漂白剤とを含む、連続相で構成される。これらが一緒に使用されると、カプセル入りではない漂白剤は、タブレットの20重量％から90重量％の濃度で使用され、また、カプセル入りの塩素の源はタブレットの約10重量％から80重量％の濃度で使用される。カプセル入りの塩素の源はタブレットの成形を助け、実質的に、固形素材に対するスプレー水の悪影響を軽減することを発見した。本発明のタブレットは、その表面に濃縮漂白剤水溶液を作るスプレー水が噴射される、ディスペンサー内に入れてもよい。このスプレー水は、タブレットから制御された分量を溶解して洗浄液中へ流し入れ、良く制御された一定の濃さの塩素などのハロゲン濃縮液を作る。本発明の目的のために、「ブリック」、「タブレット」、「ブロック」の用語は、溶解／分配用スプレー水と接触するためにディスペンサーへ投入することのできる大きさ及び形をした約1gより大きな素材の塊を指す。タブレットから制御された部分を溶解するこのスプレー水は、洗濯機などの使用場所向けの濃縮漂白液を作る。固形オキシダント漂白剤又は活性ハロゲン漂白剤の源等の言葉は、洗浄時に活性漂白剤を放出することのできる粉末、微粉末、又は他の注ぐことのできる固形材料に関連する。本発明のタブレットを用いて作られた濃縮漂白剤水溶液は、水溶液を100万とすると、最高で100万分の１万の活性オキシダント漂白剤を含むことができる。このようは濃縮液は、洗浄機の洗浄液向けでもよく、洗浄液100万に対して活性塩素が約５から500の割合となる分量の好ましい活性塩素の源の濃度で、汚れものに接触させて使用することができる。本発明のタブレットは粉末の塩素と粒状のカプセル入りの塩素とを混ぜて作るのが好ましい。そして、この混合粉末を従来の技術を用いてタブレットの形に圧縮することが好ましい。

本発明のために行った実験において、粉末状又は微粉末状のジクロルイソシアヌレートナトリウム（dichloroisocyanurate）を便利なタブレットにまとめるために、多数の材料を使用した。一般的な圧縮鋳造によるタブレット成形手順においては、カーボワックス（Carbide and Carbon Chemicals社製）や、脂肪酸や、無機質素材等をバインダーとして用いた。結果として、タブレット成形においては無機素材が有効であるが、塩素の源が水分を吸収しやすいという性質を軽減することができず、ばらばらに崩れたり、不均一な分配を招くことが分かった。また、いくつかの有機素材を用いると、有効な分配性質を持つ充分なタブレットを構成するが、高活性塩素の源が存在すると不安定な状態になることが分かった。高温下ではタブレット成形に都合の良い濃縮度で、この無機質素材は退色又はくすぶることもある。また、便利なタブレットを成形する他の添加剤素材を発見したが、これはタブレットに相当な疎水性を持たせるため、酸化漂白剤を充分な割合で分配することができなくなる。また、カプセル入りの酸化漂白剤の源は、多くの利点をもたらすことが分かった。第１に、このカプセル入りの漂白剤の源は接着剤素材としての役割を果たし、ハロゲン放出素材を物理的に安定した形状の固体に成形することを可能にする。また、カプセル入り酸化漂白剤のコーティングによりこのタブレットの疎水性を制御することができるようになり、結果的に、活性漂白剤の分量を制御して分配できるようになる。カプセル入り塩素の源は、バインダー及び分配制御剤としての役割を果たしながら、錠在中の塩素濃度を大幅に希釈することはない。最後に、カプセル入りの源の存在により安定したタブレットが提供され、固形素材の平均した割合の部分を濃縮水溶液中へ分配することができるようになり、その水溶液は様々な対象の洗浄動作を行う洗浄場所へ向けられる。漂白剤の源は食器類や、台所用品、衣料品、シーツ、タオル、食品製造機器、薬品製造機器、及び漂白や、衛生管理や他の酸化漂白を必要とする他の関連した表面を洗浄するために利用

することができる。

【図面の簡単な説明】

図１は、本発明のハロゲンを含む円形の好ましいタブレットを３錠入れた容器を内包する、水スプレー型のディスペンサーを示す図である。

図２は、本発明のタブレットを利用して、１回の分配で約5gの一定量の塩素が制御されて分配されていることを示すグラフである。

図３は、本発明を用いて製造されていない従来のタブレットが制御分配されていない様子を示すグラフであり、１回の分配で5gよりかなり多量の無制御の塩素が分配されたことを示すピークが表れている。

詳細な本発明の説明

活性オキシダント漂白剤

本発明のブリック、タブレット、又はブロックは、活性ハロゲン又は活性酸素等の活性オキシダント漂白剤の源及び、カプセル入りの活性ハロゲンオキシダント漂白剤の源からなる。

本発明の固形タブレットの連続相においてカプセル入りのハロゲンの源の中心で使用される活性ハロゲンの源は、様々な洗浄対象物の洗浄剤漂白洗浄過程で通常使用される条件下で、フリー元素のハロゲン（Cl,Br,Cl_2,Br_2）又は$^-OCl^-$又は$^-OBr^-$等の活性ハロゲン族を自由にするのに適した物質を放出するハロゲンを含むことができる。このハロゲンを放出する合成物質は、塩素又は臭素族を放出することが好ましい。最も好ましいハロゲン族は塩素である。塩素を放出する合成物質は、ジクロルイソシアヌル酸（dichloroisocyanurate）カリウムと、ジクロルイソシアヌル酸ナトリウムと、塩素化リン酸三ナトリウム（chlorinated trisodium phosphate）と、次亜塩素酸カルシウムと、次亜塩素酸リチウムと、モノクロラミン（monochloramine）と、ジクロラミン（dichloramine）と、［（モノトリクロル）－四（ジクロル一カリウム）］（［（monotrichloro）－tetra（monophotassium dichloro）］）ペンタイソシアヌル酸と、1,3ジクロル－5,5ジメチルイダントノネ（dimethylidantonone）と、パラトルエンスルホン酸クロルアミド（paratoluene sulfodichloro－amide）と、トリクロルメラミン（trichloromelamine）と、Ｎ－クロラミンと、Ｎ－クロルサクシニミド（Ｎ－chlorosuccinimide）と、N,N－ジクロルアゾジカーボンアミド（dichloroazodicarbonamide）と、Ｎ－クロルアセチル尿素と、Ｎ－Ｎジクロビウリル（N,N－dichlorobiurile）と、塩素化ジシアンジアミジンと、トリクロルシアヌル酸（trichlorocyanuric acid）と、ジクロルグリコリア（dichloroglycourea）などを含む。ジクロルイソシアヌル酸二水和物や、ジクロルイソシアヌル酸ナトリウムや、ジクロルイソシアヌル酸カリウム等を含む塩素化イソシアヌル酸素材は、連続固体相に適し、カプセル入り素材の中心物質に適する好ましい塩素の源である。塩素化イソシアヌル酸は、モノサント（Monosanto）又はオリン（Olin）、及び他の販売元より入手できる。

カプセル化

固形漂白剤の源とカプセル入りの漂白剤の源とを、ブリック、ブロック、又はタブレット中で混合することにより、水と接したときに固形物が制御分配可能である性質およびバインダーの性質を与えることが分かった。本発明のカプセル入りの塩素の源は、塩素の源のコアと、少なくとも一層のカプセル層により構成されている。このカプセル層は無機物又は有機物素材で構成することができる。また、コアの塩素の源を、二層、三層又はそれ以上の有用な層で覆ってもよい。コアを内側を無機物層で、また外側を洗浄液中で有用な素材（洗剤、金属イオン封鎖剤、ビルダー、再沈殿防止剤など）を含む有機物層で覆った二重層構造が好ましいことが分かった。この応用目的においては、「カプセル化剤」の用語はここで使われるように、洗剤の組成において不活性充填剤として使用される固形可溶性無機混合物と、組成の洗浄力に寄与しあまりハロゲン漂白剤と反応しない洗剤組成中で使用される可溶性無機ビルダーを内包する。カプセルの外部有機物相は、微小粒子や、単量体、又は異量体素材から選ぶことのできる様々なカプセル素材から構成することができる。

有機コーティング

外部カプセル層に使用することのできる微小粒子の有機組成は、多種の水溶性有機混合物で構成される。
好ましい種類の微小粒子の有機カプセル素材は、合成表面活性剤混合物から成る。この合成表面活性剤コーティングは、製品の保存期間中の保存又は使用温度、例えば15℃から50℃の温度で充分に固体相を保たなければならず、更に、製品を処理するときの温度で安定していなければならない。本発明のカプセル化物を製造するのに有効な合成表面活性剤は、陰イオン、陽イオン、非イオン、及び両性の表面活性剤組成から成る。本発明のカプセル組成として有効な陽イオン表面活性剤の例としては、アルキルベンゼンスルホン酸塩（alkyl benzene sulfonate）や、キシレンスルホン酸塩（xylene sulfonate）や、アルファオレフィンスルホン酸塩（alpha olefin sulfonates）や、第一及び第二アルキル硫酸塩（primary and secondary alkyl sulfates）等の高級アルキル単環芳香族アルカリ金属スルホン酸塩がある。一般的に石鹸として分類される脂肪酸のアルカリ金属塩はイオン洗剤の定義で用いることができる。このような使用可能な石鹸として、例えば、８個から12個の炭素原子を持つ非環式のモノカルボン酸のナトリウム塩及びカリウム塩がある。コーティング組成で使用するのに、特に適した合成表面活性剤は、約６個から12個の炭素原子を持つアルキルスルホン酸塩ナトリウム（sodium alkyl sulfonate）で、更に好ましくはオクチルスルホン酸塩ナトリウム（sodium octyl sulfonate）である。
典型適な非イオン表面活性剤は、一般的には酸化エチレン重合体、酸化プロピレン、又はそれらの異種（heteric）もしくはブロックの共重合体を含む素材である。そのような素材は、アルキルの仲間で５個から15個の炭素原子を持つアルキルフェノールの縮合物又は長鎖脂肪アルコール又は脂肪酸の縮合物等として作られる。これらの非イオン表面活性剤は関連技術においてよく知られており、当業者とって周知である。陽イオンと両性の表面活性剤は公知であるが、これらを利用するのは好ましくない。本発明の組成で使用することのできる適切なビルダーは弱酸中性（weakly acid neutral）又はアルカリ性に反応する無機物又は有機物複合物で、好ましくは、アルカリ金属又はアルカリ土類金属塩の重炭酸塩や、炭酸塩、ホウ酸塩、ケイ酸塩等の物質を形成する無機又は有機錯体である。このアルカリ金属オルソリン酸と、メタリン酸と、ピロリン酸及びトリポリリン酸は有用な充填剤／金属イオン封鎖剤素材である。ビルダーとして適する他の種類は、非可溶性ケイ酸アルミニウムナトリウム（sodium alumina silicates）である。一般的には、本発明の活性漂白溶剤を成形した固形の源は、物理的及び化学的性質の様々な段階に分けられる他の成分を含むことができる。光学バインダーや、防臭剤、再沈殿防止剤、染料、香料、拡散剤等の成分を公知の性質を用いるために成形された固形に添加してもよい。
可溶性無機コーティング剤
本発明のカプセルのコーティングに適した無機素材は、重炭酸ナトリウムや、セスキ炭酸ナトリウム、ホウ酸ナトリウム、重炭酸カリウム、セスキ炭酸カリウム、ホウ酸カリウム等のアルカリ属と、リン酸二アンモニウムや、リン酸一カルシウム、一水和物、リン酸三カルシウム、ピロリン酸カルシウム、ピロリン酸鉄、リン酸マグネシウム、オルトリン酸一カリウム、ピロリン酸カリウム、オルトリン酸二ナトリウム二水和物（disodium orthophosphate dihydrate）、オルトリン酸三ナトリウム十水和物（trisodium orthophosphate decahydrate）、ピロリン酸四ナトリウム、トリポリリン酸ナトリウム、ポリリン酸ナトリウム混合物、ヘキサメタリン酸ナトリウム、トリポリリン酸カリウム、ポリリン酸カリウム混合物等のリン酸属と、硫酸ナトリウムや塩化ケイ酸ナトリウム（sodium chloride silicates）等の中性又は可溶性塩と、無機金属イオン封鎖剤と、再沈殿防止剤と、それらの水和物とを含む。カプセル化物のコーティングに使用可能な適するビルダーには、ピロリン酸四ナトリウムと、ピロリン酸四カリウムと、トリポリリン酸五ナトリウムと、トリポリリン酸五カリウムと、ケイ酸ナトリウムと、ケイ酸カリウムと、硼砂水和物と、無水硼砂と、セスキ炭酸ナトリウムと、セスキ炭酸カリウムと、ファイテート（phytates）と、ポリホスホネート（polyphosphonates）等がある。
カプセル入りの酸化漂白剤の源の製造では、先ず、流動体コーティング装置を使用することにより都合よく行うことのできる、コア素材の第一の無機物保護表面処理（passivatio

n）コーティングを行う。カプセル入りの素材を作るために、粒子は流動体床の流動体チャンバーへ導入される。そして、コーティングされる粒子床は流動体気体で懸濁される。典型的な例としては、ノズルが流動体床中又は近くへ引き込まれ、それを通してコーティング素材の液滴が、床の上部表面に均一に広がるように放出される。コーティング溶液はコア粒子のコーティング溶液が素早く乾くのに要する温度で、床に対して加えられる。溶媒の蒸気は送風機で流動体床から除かれる。一旦粒子が第一コーティングで完全に覆われると、次のコーティングが公知の方法を用いて同様の方法で形成される。本発明のカプセル入り酸化剤は、20重量％から90重量％の活性酸化漂白剤コアと、10重量％から80重量％のコーティングを含んでもよい。二層コーティングの場合、カプセル入り素材は約20重量％から90重量％の酸化漂白剤コアと、約0.5重量％から50重量％の第一表面処理無機コーティング剤と、約５重量％から70重量％の第二合成表面活性剤コーティングとで構成することができる。とくに、一層コーティングの酸化漂白剤は、30重量％から80重量％の漂白剤コアと、約20重量％から70重量％の合成表面活性剤コーティングとを含み、更に詳しくは、約40重量％から55重量％の酸化漂白剤コアと、45％から60％の質量の第一コーティングを含む。二層コーティングされたカプセル入り酸化漂白剤の最も好ましい例としては、約30重量％から80重量％の漂白剤コアと、約５重量％から50重量％の第一無機コーティング剤と、約５重量％から50重量％の第二合成表面活性剤コーティングとで構成されるものである。衣料品、食器類等の漂白や洗浄で使用される従来の添加物などの他の素材がコーティング層に含まれてもよい。典型的な例としては、良く知られている汚れ沈殿防止剤や、腐食抑制剤、染料、香料、充填剤、光沢剤、酵素、殺菌剤、変色防止剤等がある。

製造工程

本発明の成形された固形物は、様々な公知の成形技術をもって作ることができる。圧縮処理や、鋳造したバインダー剤の使用や、当業者において良く知られている他の方法で成形固形物を作ることができる。本発明の成形固形物組成を製造するための処理は、一般的に２つの工程から成る。先ず、成形固形物で使用される成分の粉末を攪拌機へ入れ、均一粉末混合物を形成する。リボン攪拌機などの一般的に入手可能な攪拌機を使用することができる。そして、粉末を成形されたタブレットやブリックやブロックの形に圧縮することのできる入手可能な圧縮機へ、相同粉末混合物を入れる。一般的には、予め混合された粉末又は微粉末を投入システムのついたホッパーへ入れ、タブレット生成機へ計量して供給する。タブレットの大きさは約1gから100g、又はそれ以上の大きさで変化する。好ましくは、タブレットは500gから2000gであり、形は利用しやすければどのようなものでもよい。ほとんどのタブレット製造機で容易に作られる形は、円盤型又は円柱型である。この円柱の直径は、およそ1/4インチから５インチ又はそれ以上で、その厚みは約1/4インチから５インチ、好ましくは約0.5インチから３インチである。

図面の詳細な説明

図１は、本発明の成形固形物を使用して作られた濃縮活性ハロゲン漂白剤を注入するために使用される、ディスペンサーの一部分の断面図である。図１において、１つ以上のカプセル入り固形素材を分配するために用いられるディスペンサーの為の全体のハウジングの部分であるディスペンサーハウジング10は、本発明の成形された固形物を分配する為に構成してもよい。図１に示すディスペンサーの例は、固形方式III™ディスペンサーである。このようなディスペンサーは洗濯分配に用いることができる。図１において、スプレーノズル11は円錐形のスプレー12と共に示されている。スプレー12はノズル11から、成形固形物16の表面へと向けられている。この固形物16は、ねじ溝付コネクタ20と、ノズルのハウジング22と協動するショルダー21とを持つディスペンサーに取付けられたプラスティックカプセル17内に入れられている。ディスペンサーの動作時には、淡水が導水管13を通してディスペンサー内に取り込まれ、その水はノズル11を通して成形固形物16へ向けてスプレー放射されて、濃縮液が作られる。そして、濃縮液はカプセルの開口部20を下り、スクリーン14を抜け、放出部15へ出る。放出された成形固形物のうち、大きな塊はスクリーン14に引っ掛かる。

図２は、本発明の成形固形物の分配において、１スプレー毎に成形固形物の約10gから20g

の割合で分配を制御することができることを示すグラフである。図２によれば、多量の塩素漂白剤が分配されたことを示す望ましくない突出は現われていない。
これとは非常に対象的に、図３はカプセルを利用していない塩素化イソシアヌル酸を含む従来の圧縮タブレットを用いた濃縮塩素漂白剤が、無制御で分配されたことを示す大きな突出を現している。図３によれば、１スプレー毎に30gまでの塩素漂白剤の小さなピークを示すと共に、１スプレーで約130gものレベルにまで達する、塩素漂白剤の非常に大きな突出を示している。これらの塩素漂白剤のピーク又は突出は、洗濯機及び洗濯物にとって非常に有害に働くことがある。
実施例とデータ
濃縮活性ハロゲンを分配するのに使用可能な多くの成形固形物の実施例を作った。これらの固形物は、有害である多量の酸化漂白剤が分配されることが無いように、制御された約同量の濃縮漂白液を分配することができることを示すためにテストされた。これらの実験は、一般的に入手可能な塩素漂白剤の源を使用して行われたが、様々なハロゲン漂白剤の粉末源と一緒でも有効であると信じる。また、分配制御及び分配中に分配のための水がタブレットを崩してしまわないための充分な疎水性を持った、安定したタブレットを作る粉末漂白剤素材とカプセル化物間で有用な反応があると信じる。以下の実施例は、最良のモードを含む。
実施例１
直径４インチ、高さ約１インチの円筒形をした一連の成形固形物は、合計約600gの素材を含むように作られた。このタブレットは、様々な割合の添加素材を含む。このタブレットを作るために用いられる原材料は、攪拌機へ入れられ、均一な状態になるまで振り動かされた。そして、この素材はハンドタブレット圧縮装置へ入れられた。この粉末は、圧力約11,000パウンドで約30秒間圧力を加えてタブレット状に圧縮した。作られた成形固形物を以下の表Ｉに示す。

表I

実施例番号	６００－ｇ　４－インチの固形タブレット量	濃縮添加物の割合（％）	添加物の数
1	3	1	2（有機バインダー）
2	3	2	1（有機バインダー）
3	3	3	2（有機バインダー）
4	3	1	1（有機バインダー）
1A	3	1	2（有機バインダー）
5	3	2	2（有機バインダー）
6	3	1	1（ラウリン酸）
7	3	2	1（ラウリン酸）
8	3	100	1（CL_2カプセル）
9	3	10	1（ラウリン酸）
10	3	10	1（カーボワックス®）
11	3	30	1（CL_2カプセル）
12	3	25	1（CL_2カプセル）
13	3	20	1（CL_2カプセル）
14	3	15	1（CL_2カプセル）
15	次亜塩素酸カルシウムミニタブレットを詰めたカプセル（ピットタブ）		

使用された活性ハロゲンの源は塩素化イソシアヌル酸（CDB_56）の二水ナトリウム塩である。600gで直径４インチの様々なバインダー及び他の成分を含む固形タブレットは自動分配装置中でテストされた。それぞれの種類のタブレットをプラスチックの使い捨てボトル又はカプセル中に積み重た。質量を連続的に監視する積載セルに、タブレットを入れたカプセルを上下逆においた。15秒間水を噴射し、15分止める動作を連続的なサイクルとして、ペレット中へタブレット成分に当たるように上向きに水を噴射する。１平方インチ当たり８パウンドの水圧で、125°Fの水を利用した。様々な有機及び無機バインダー添加物を１重量％から３重量％使用して作った比較例１から５は、どろどろのひどい状態になってしまい、制御の効かない分配となった。制御の効かない分配例は図３に示されており、この図はタブレット比較例３を使用した分配実験で得られたものである。100から105回目のサイクルと、200から205回目のサイクルと、300から310回目のサイクルと、約380回目のサイクルでの分配中に、制御が効かない大きな変位の濃縮塩素が分配された。一分配サイクルで20gよりかなり多い量であった。このテストで分配された塩素の源の最高量は、このテストの最後の方で起きた134.17gであった。この「どろどろ」の現象は、通常は無制御状態の塩素の分配時に起こる大きな突出やピークに現われているが、これは普通、非常に少量が分配されたサイクルの後に起こっている。言い換えれば、成形された固形物が、スプレーノズルから噴射される水を含み、徐々に物理的な一体の状態を失い、結果として先ずひびが入り、最終的には崩れて分配流中に相当な割合の質量が放出される。また、こ

の「どろどろ」の状態は、視覚的にはタブレットの高さがゆっくりと膨張する現象と、ひびや割れ目の成長が観察された。分配中のタブレットの時間ビデオテープも取られた。これらの視覚的観察は、異なるタブレットがどのくらいよく分配されたかを判断するために、分配特性と合わせて利用した。１重量％から２重量％のラウリン酸を用いて作られたタブレット６および７は、同じく、ひどいどろどろの状態になった。10％のポリエチレングリコール（カーボワックス8000）バインダーシステムを用いた比較例10は、優れた分配プロファイルを示したが、温度安定性テストではカーボワックスを含む素材は色が抜け、塩素の源とカーボワックス間で非常に大きな温度不安定性を示した。それぞれ15重量％、20重量％、25重量％、30重量％のカプセル入り塩素の源を含む実施例11から14は、優れた分配プロファイルと温度安定性を示した。完全にカプセル入りの塩素の源で作られた実施例８は、優れた分配プロファイルを示した。しかし、カプセルだけを使用すると高価になり、産業上魅力的ではない。次亜塩素酸カルシウムを使用した比較例15は、優れた分配性質を示したが、この塩素の源を使用すると洗剤液を相当に強い硬水（カルシウム塩）にしてしまうという欠点がある。

表IIに表すこの分配物の10gのサンプルは、手動実験圧縮を使用して6000パウンドの圧力で30秒間圧縮して作られたものである。観察コップ中に入れられた5gの色付きの水（Sudan IV染料）にそれぞれ異なる時間、タブレットを入れておき、ウィッキングテスト（wicking test）を行った。タブレットを10分間観察し、タブレットの視覚的な状態を記録した。特に、膨張や、ひびが入ったり崩壊する状況や、化学的沸騰および発熱を観察した。

表2

液浸テストーテスト素材

固形漂白タブレット

	CDB56[1]	カプセル入り	MPEG[2]	METASIL /ANY[3]	METASIL /PENT[4]	STP /LT.DEN[5]	ZEOLITE[6]	PAA[7]	BRITESIL[8]	LAS[9]	DRAKEOIL[10]	SLS
1	90	10										
3	80	20										
5	70	30										
7	95		5									
9	90		10									
11	90			10								
13	90				10							
15	90						10					
29	90							10				
37	90								10			
39	90									10		
41	90										10	
66	97.5											2.5
69	90											10

1 塩素化イソシアヌル酸

2 ポリエチレングリコール

3 無水メタケイ酸ナトリウム／バインダー

4 無水メタケイ酸ナトリウム／バインダー

5 トリポリリン酸ナトリウム

6 ゼオライト

7 ポリアクリル酸

8 ブリテジルケイ酸塩

9 鎖状アルキルスルホン酸塩

10 ドレーク油

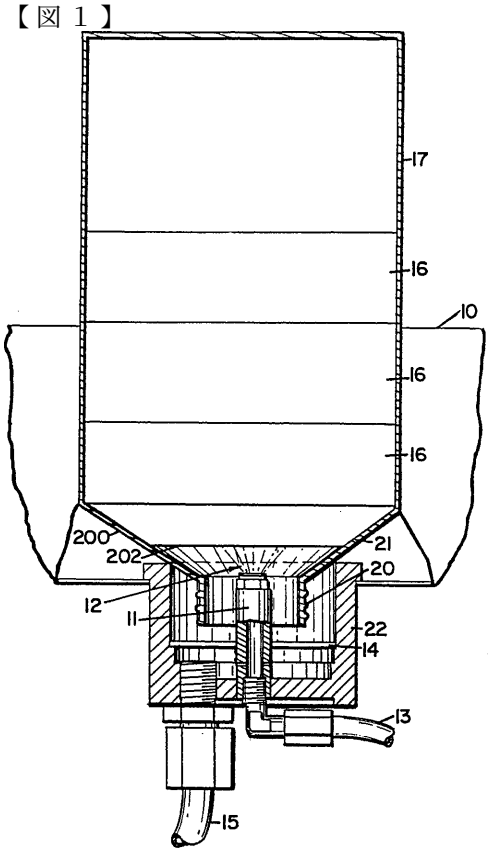
10重量％のカプセル入りハロゲンの源を持つ実施例１は、水を吸収し、その塊にひび割れが発生した。しかしタブレットは崩れず、このタブレットが分配問題に対応することができることを示す。液浸後のタブレット３と５は小さなひび割れを起こしたが、10分後にその影響を受けていない。このことは、制御分配に充分であることを示している。５重量％から10重量％のポリエチレングリコール鋳造剤のメチルエーテルを含むタブレット７および９はひびが入り、これは温度不安定である証拠である。無水メタケイ酸ナトリウムとバインダーを含むタブレット11と13は化学沸騰し、発熱した。このことは、メタケイ酸がバ

インダーとして適していないことを示す。トリポリリン酸ナトリウム（低密度）を含むタブレット15は非常に親水性で、相当量の水を吸収して完全に崩れた。このことは、正確な制御分配を行うのに適していないことを示している。ナトリウムゼオライト（sodium zeolite）を含むタブレット29は同様に完全に崩壊した。10重量％のポリアクリル酸成分を含むタブレット37は、圧縮過程で、充分な固形タブレットを形成することができなかった。10重量％のブリテジルケイ酸塩（britesil silicate）を含むタブレット39は水を吸収し、ひび割れ、膨張し、いくらかの崩壊を起こした。このことは、制御分配に適さないことを示す。鎖状アルキルスルホン酸塩を含むタブレット41は、ひび割れ、分配時に相当量の水を含んだ。2.5重量％のドレーク油（drakeoil）を含むタブレット66は初めは水を吸収するが、少量でしかない。しかし、疎水性で、充分な量のハロゲンの源を分配することができなかった。タブレット69はひび割れ、水を含み、制限された分量の塩素を分配するのに適さないことを示した。

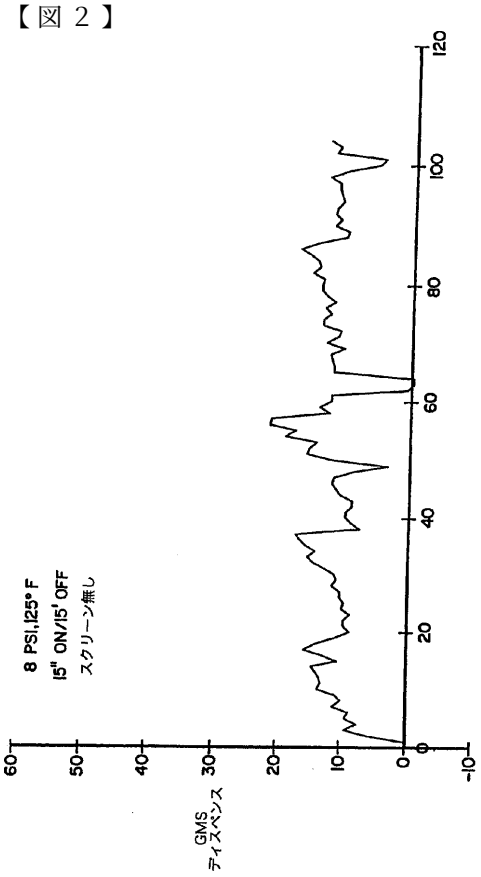
これらのデータおよび本発明で使用されたカプセル入りのハロゲン源を含む成形固形物を用いた他の実験は、カプセル入りのハロゲンの源が本発明の成形固形物に対して二つの重要な性質を提供することを示している。先ず、ハロゲンの源はバインダー素材の働きをするので、効果的な手段で成形固形物の製造を行なうことができる。従って、物理的に安定した、便利な固形物の製造につながる。また、カプセル入りの塩素の源は、ハロゲン漂白剤を漂白／洗浄場所へ制御して分配することを可能にする。他の多くのバインダーや、活性洗浄剤や、表面活性剤などを本発明のタブレットを作るときに使用することができるが、カプセル入りの塩素の源のみが、化学的な相反性を起こすことなく、タブレットの物理的安定や、製造を簡単にする効果、塩素の制御分配、高活性漂白性を得る為に要求される全ての性質を提供することが分かった。

上記の明細と、実施例およびデータは、本発明の基本的理解の為に供給されたものである。しかし、本発明はその精神と範囲を越えない程度で多数の他の実施例が可能であり、本発明の範囲は以下の請求項によってのみ限定される。

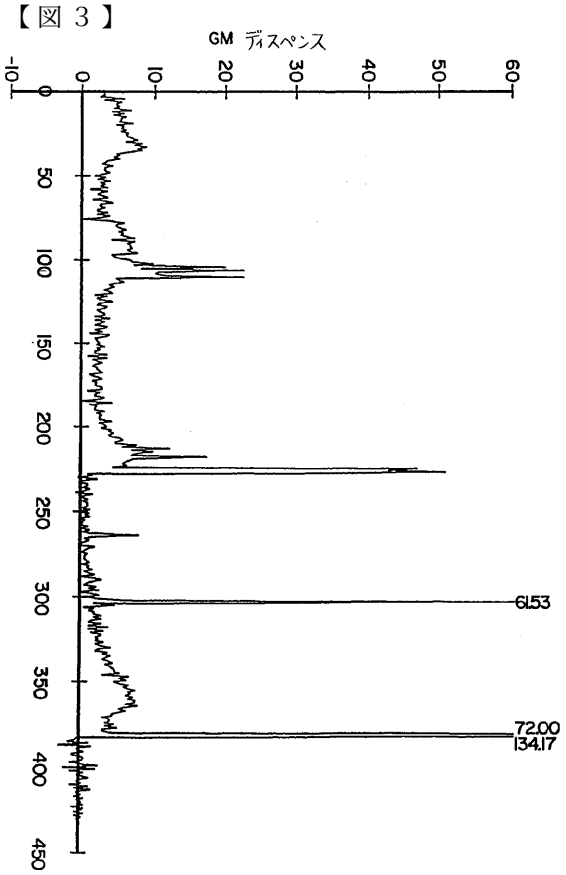
【図１】



【図２】



【図３】


GM ディスペンス
-10
0
10
20
30
40
50
60
0
50
100
150
200
250
300
350
400
450
61.53
72.00
134.17

フロントページの続き

(72)発明者　マン，　ビクター　エフ.
アメリカ合衆国　ミネソタ州　５５４１４　ミネアポリス，　＃Ｂ　２７ス　アヴェニュー　エス．　イー．，　１０４４

審査官　近藤　政克

(56)参考文献　特開昭５１－１３８５８５（ＪＰ，Ａ）
特開昭６３－１５４７９８（ＪＰ，Ａ）
実表平０４－５０４２７１（ＪＰ，Ｕ）
特開平０５－００９５００（ＪＰ，Ａ）
特開昭６２－１７７１００（ＪＰ，Ａ）

(58)調査した分野(Int.Cl.[7]，ＤＢ名)
C11D 3/395
C11D 17/08