



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103154230 B

(45) 授权公告日 2015. 01. 21

(21) 申请号 201180049096. 5

C11D 3/40 (2006. 01)

(22) 申请日 2011. 09. 01

C11D 3/04 (2006. 01)

(30) 优先权数据

C11D 3/08 (2006. 01)

10187511. 0 2010. 10. 14 EP

C11D 3/10 (2006. 01)

(85) PCT国际申请进入国家阶段日

(56) 对比文件

2013. 04. 10

EP 2166077 A1, 2010. 03. 24, 说明书

[0009] - [0193] 段 .

(86) PCT国际申请的申请数据

US 2480579 A, 1949. 08. 30, 说明书第 10 栏

PCT/EP2011/065150 2011. 09. 01

第 49 行 - 第 11 栏第 6 行 .

(87) PCT国际申请的公布数据

W0 2010084039 A1, 2010. 07. 29, 说明书第 2

W02012/048948 EN 2012. 04. 19

页第 1-30 行 .

(73) 专利权人 荷兰联合利华有限公司

审查员 赵菁

地址 荷兰鹿特丹

(72) 发明人 S · N · 巴彻勒 A · P · 查普尔

S · T · 凯宁利

(74) 专利代理机构 北京市金杜律师事务所

11256

代理人 陈文平

(51) Int. Cl.

C11D 17/00 (2006. 01)

权利要求书2页 说明书13页

(54) 发明名称

洗衣用洗涤剂颗粒

(57) 摘要

本发明提供了一种扁豆状或圆盘状的涂覆洗涤剂颗粒,其具有正交尺寸 x、y 和 z,其中 x 为 1 至 2mm、y 为 2 至 8mm、z 为 2 至 8mm,其中所述颗粒包含:(i)40 至 90 重量%的表面活性剂,其选自阴离子型表面活性剂和非离子型表面活性剂;(ii)1 至 40 重量%的水溶性无机盐;和(iii)0.0001 至 0.1 重量%的染料,其中所述染料与 1 至 4 个磺酸基团共价结合,其中所述无机盐和染料在所述洗涤剂颗粒上作为涂层存在,而所述表面活性剂作为核存在。

1. 一种涂覆洗涤剂颗粒,其具有正交尺寸 x 、 y 和 z ,其中 x 是 1mm 至 2mm、 y 是 2mm 至 8mm、和 z 是 2mm 至 8mm,其中所述颗粒包含:

(i) 40 重量%至 90 重量%的表面活性剂,其选自:阴离子型表面活性剂;和非离子型表面活性剂;

(ii) 1 重量%至 40 重量%的水溶性无机盐;和

(iii) 0.0001 重量%至 0.1 重量%的染料,其中所述染料与 1 至 4 个磺酸基团共价结合,

其中所述无机盐和染料在所述洗涤剂颗粒上作为涂层存在,而所述表面活性剂作为核存在。

2. 根据权利要求 1 的涂覆洗涤剂颗粒,其中所述染料是酸性染料。

3. 根据权利要求 1 或 2 的涂覆洗涤剂颗粒,其中所述染料选自具有蒽醌、单偶氮、双偶氮、咕吨、酞菁、和吩嗪发色团的那些染料。

4. 根据权利要求 3 的涂覆洗涤剂颗粒,其中所述染料选自具有蒽醌、单偶氮和吩嗪发色团的那些染料。

5. 根据权利要求 1 的涂覆洗涤剂颗粒,其中所述染料选自:酸性蓝 80、酸性蓝 62、酸性紫 43、酸性绿 25、直接蓝 86、酸性蓝 59、酸性蓝 98、直接紫 9、直接紫 99、直接紫 35、直接紫 51、酸性紫 50、酸性黄 3、酸性红 94、酸性红 51、酸性红 95、酸性红 92、酸性红 98、酸性红 87、酸性黄 73、酸性红 50、酸性紫 9、酸性红 52、食品黑 1、食品黑 2、酸性红 163、酸性黑 1、酸性橙 24、酸性黄 23、酸性黄 40、酸性黄 11、酸性红 180、酸性红 155、酸性红 1、酸性红 33、酸性红 41、酸性红 19、酸性橙 10、酸性红 27、酸性红 26、酸性橙 20、酸性橙 6、磺化 Al 和 Zn 酞菁。

6. 根据权利要求 1 或 2 的涂覆洗涤剂颗粒,其中所述无机盐作为增效剂。

7. 根据权利要求 6 的涂覆洗涤剂颗粒,其中所述无机盐包括碳酸钠。

8. 根据权利要求 1 或 2 的涂覆洗涤剂颗粒,其中所述涂覆的洗涤剂颗粒的总表面活性剂包含 15 重量%到 85 重量%的阴离子型表面活性剂和 5 重量%到 75 重量%的非离子型表面活性剂。

9. 根据权利要求 1 或 2 的涂覆洗涤剂颗粒,其中所述阴离子型表面活性剂选自烷基苯磺酸盐、烷基醚硫酸盐、烷基硫酸盐。

10. 根据权利要求 9 的涂覆洗涤剂颗粒,其中所述阴离子型表面活性剂选自具有 1 至 3 个乙氧基的月桂基醚硫酸钠、C10 至 C15 的烷基苯磺酸钠和 C12 至 C18 的烷基硫酸钠。

11. 根据权利要求 1 或 2 的涂覆洗涤剂颗粒,其中所述非离子型表面活性剂是具有 10-50EO 的非离子型表面活性剂。

12. 根据权利要求 11 的涂覆洗涤剂颗粒,其中所述非离子型表面活性剂是直链或支链的脂族 C8 至 C18 伯或仲醇与 20 至 35 个环氧乙烷基团的缩合产物。

13. 根据权利要求 1 或 2 的涂覆洗涤剂颗粒,其中所述涂覆洗涤剂颗粒包含 20 重量%至 40 重量%的无机盐增效剂作为涂层。

14. 根据权利要求 13 的涂覆洗涤剂颗粒,其中所述涂覆洗涤剂颗粒包含 25 重量%至 35 重量%的无机盐增效剂作为涂层。

15. 根据权利要求 1 或 2 的涂覆洗涤剂颗粒,其中所述颗粒包含 0 至 15 重量%的水。

16. 根据权利要求 15 的涂覆洗涤剂颗粒,其中所述颗粒包含 1 重量%至 5 重量%的水。

17. 根据权利要求 1 或 2 的涂覆洗涤剂颗粒,其中所述涂覆洗涤剂颗粒占包装的洗涤剂制剂的 10 重量%至 100 重量%。

18. 根据权利要求 17 的涂覆洗涤剂颗粒,其中所述涂覆洗涤剂颗粒占包装的洗涤剂制剂的 50 重量%至 100 重量%。

19. 根据权利要求 18 的涂覆洗涤剂颗粒,其中所述涂覆洗涤剂颗粒占包装的洗涤剂制剂的 80 重量%至 100 重量%。

20. 根据权利要求 19 的涂覆洗涤剂颗粒,其中所述涂覆洗涤剂颗粒占包装的洗涤剂制剂的 90 重量%至 100 重量%。

21. 根据权利要求 1 或 2 的涂覆洗涤剂颗粒,至少 90%的涂覆洗涤剂颗粒中最大与最小的涂覆洗涤剂颗粒在 x、y 和 z 尺寸上的变化在 20%以内。

洗衣用洗涤剂颗粒

技术领域

[0001] 本发明涉及基本上为浅色的颗粒,所述颗粒添加到液体中时提供可察觉的颜色。

[0002] 发明背景

[0003] W09932599 描述了制造洗衣洗涤剂颗粒的方法,其为挤出方法,其中将增效剂和表面活性剂(该表面活性剂包含硫酸化或磺酸化的阴离子表面活性剂作为主要组分)进料到挤出机内,在至少 40℃,优选至少 60℃ 的温度下机械加工,并通过具有多个挤出孔的挤出头挤出。在大部分实施例中,将表面活性剂与增效剂以超过 1 份增效剂比 2 份表面活性剂的重量比一起进料到所述挤出机中。所述挤出物显然需要进一步干燥。在实施例 6 中,将 PAS 糊状物干燥并挤出。这样的 PAS 条状物质(noodle)是现有技术中熟知的。如实施例 2 所述的,条状物质通常是圆柱形的,并且它们的长度超过它们的直径。

[0004] US7022660 公开了制备具有涂层的洗涤剂颗粒的方法。

发明内容

[0005] 我们发现,可得到一种含染料(dye)的涂层,所述涂层基本无色,但是向洗涤液释放染料的颜色。本发明还可以提高储存时所述染料在产品的稳定性。

[0006] 我们还发现,可提供一种涂覆的洗衣用洗涤剂颗粒,它提供了不同于涂覆的洗衣用洗涤剂颗粒的被观察到的颜色的、除白色以外的洗涤颜色;在这方面,所述观察到的颜色是颜料(pigment)产生的。涂覆的洗衣用洗涤剂颗粒的被观察到的颜色优选是白色,但是例如,红色或橙色的涂覆洗衣用洗涤剂颗粒可以向洗涤提供蓝色。或者,红色的涂覆洗衣用洗涤剂颗粒可以通过使用蓝色或紫色的遮蔽染料而提供观察为白色的遮蔽(shading)益处。

[0007] 在一个方面,本发明提供一种具有正交尺寸 x、y 和 z 的涂覆洗涤剂颗粒,其中 x 为 1 至 2mm、y 为 2 至 8mm(优选 3 至 8mm)、和 z 为 2 至 8mm(优选 3 至 8mm),其中所述颗粒包含:

[0008] (i) 40 至 90 重量%、优选 50 至 90 重量%的表面活性剂,其选自:阴离子型表面活性剂;和非离子型表面活性剂;

[0009] (ii) 1 至 40 重量%、优选 20 至 40 重量%的水溶性无机盐;和

[0010] (iii) 0.0001 至 0.1 重量%的染料,优选 0.001 至 0.01 重量%的染料,其中所述染料与 1 至 4 个磺酸基团共价结合,

[0011] 其中所述无机盐和染料在所述洗衣用洗涤剂颗粒上作为涂层存在,而所述表面活性剂作为核存在。

[0012] 除非另有说明,所有重量%是指颗粒中以干重计的总百分比。

[0013] 在另一个方面,本发明提供了一种涂覆的洗涤剂颗粒,它是表面活性剂多于无机固体的浓缩制剂。只有通过使涂层包覆柔软的表面活性剂才能产生这种洗涤所需的单位用量减少的颗粒状浓缩物。向所述核添加溶剂会使所述颗粒转变为液态制剂。另一方面,具有更高的无机固体量会产生较低浓缩的制剂;无机物含量高将返回到常规的低表面活性剂

浓度的粒状粉末。本发明的涂覆洗涤剂颗粒介于这两种常规（液体和粒状）形式之间。

[0014] 发明详述

[0015] 形状

[0016] 优选地，所述涂覆的洗衣用洗涤剂颗粒是曲面的。

[0017] 涂覆的洗衣用洗涤剂颗粒可以是扁豆形的（形状像完整的干的小扁豆）、即扁椭圆体，其中 z 和 y 是赤道直径，且 x 是极直径；优选 $y = z$ 。

[0018] 所述涂覆的洗衣用洗涤剂颗粒可以是圆盘形状。

[0019] 优选地，涂覆的洗衣用洗涤剂颗粒没有孔；也就是说，所述涂覆的洗衣用洗涤剂颗粒没有贯穿过核的贯通通道，即所述涂覆的洗涤剂颗粒具有的拓扑亏格 (topologic genus) 为零。

[0020] 核

[0021] 表面活性剂

[0022] 涂覆的洗衣用洗涤剂颗粒包含 40 至 90 重量%、优选 50 至 90 重量%的表面活性剂，最优选 70 至 90 重量%。一般而言，表面活性剂体系的非离子型和阴离子型表面活性剂可以选自下列文献描述的表面活性剂：Schwartz&Perry 的“表面活性剂 (Surface Active Agents)”第一卷，Interscience, 1949 年，和 Schwartz、Perry&Berch 的第二卷，Interscience, 1958 年；在 Manufacturing Confectioners Company 出版的现行版“McCutcheon 的乳化剂和洗涤剂 (McCutcheon's Emulsifiers and Detergents)”中或在 H. Stache 的第二版，Carl Hauser Verlag, 1981 年的“Tenside-Taschenbuch”中。优选地，所使用的表面活性剂是饱和的。

[0023] 阴离子型表面活性剂

[0024] 可以使用的合适的阴离子型洗涤剂化合物通常是具有含约 8 至约 22 个碳原子的烷基的有机硫酸和磺酸的水溶性碱金属盐，所用的术语烷基包括较高级酰基的烷基部分。合适的合成的阴离子型洗涤剂化合物的例子是烷基硫酸钠和烷基硫酸钾，尤其是通过将从例如牛脂或椰子油产生的 C_8 至 C_{18} 的高级醇硫酸化而得到的那些；烷基 C_9 至 C_{20} 苯磺酸钠和钾，特别是直链仲烷基 C_{10} 至 C_{15} 苯磺酸钠；和烷基甘油基醚硫酸钠，尤其是从牛脂或椰子油衍生的较高级醇和从石油衍生的合成醇的那些醚。最优选的阴离子型表面活性剂是月桂基醚硫酸钠 (SLES)，特别优选具有 1 至 3 个乙氧基， C_{10} 至 C_{15} 的烷基苯磺酸钠和 C_{12} 至 C_{18} 的烷基硫酸钠。适用的表面活性剂还有例如 EP-A-328 177 (Unilever) 中描述的那些（其显示出耐盐析性），EP-A-070 074 中描述的烷基多聚糖苷，和烷基单糖苷。所述表面活性剂的链可以是支链的或直链的。

[0025] 皂也可以存在。使用的脂肪酸皂优选含有约 16 至约 22 个碳原子，优选为直链构型。皂的阴离子贡献优选是总阴离子的 0 至 30 重量%。

[0026] 优选地，至少 50 重量%的阴离子型表面活性剂选自： C_{11} 至 C_{15} 的烷基苯磺酸钠；和 C_{12} 至 C_{18} 的烷基硫酸钠。甚至更优选地，所述阴离子型表面活性剂是 C_{11} 至 C_{15} 的烷基苯磺酸钠。

[0027] 优选地，所述涂覆的洗衣用洗涤剂颗粒中存在的阴离子型表面活性剂的水平是总表面活性剂的 15 至 85 重量%，更优选 50 至 80 重量%。

[0028] 非离子型表面活性剂

[0029] 可以使用的合适的非离子型洗涤剂化合物特别包括,具有疏水基和反应性氢原子的化合物(例如脂族醇、酸、酰胺或烷基酚)与环氧烷(尤其是单独的环氧乙烷或其与环氧丙烷一起)的反应产物。优选的非离子型洗涤剂化合物是 C_6 至 C_{22} 的烷基酚-环氧乙烷缩合物,通常为5-25EO,即每分子中含5至25个环氧乙烷单元,以及直链或支链的脂族 C_8 至 C_{18} 伯或仲醇与环氧乙烷的缩合物,通常5-50EO。优选地,所述非离子型化合物是10-50EO,更优选20-35EO。特别优选烷基乙氧基化物。

[0030] 优选非离子型表面活性剂在所述涂覆的洗衣用洗涤剂颗粒中存在的水平是总表面活性剂的5至75重量%,更优选为总表面活性剂的10至40重量%。

[0031] 阳离子型表面活性剂可以作为次要成分存在,其水平优选是总表面活性剂的0至5重量%。

[0032] 优选地,在干燥之前将所有表面活性剂混合在一起。可以使用常规的混合设备。可以通过挤出或碾压形成洗衣用洗涤剂颗粒的表面活性剂核,随后用无机盐涂覆。

[0033] 耐钙的表面活性剂体系

[0034] 在另一个方面,所使用的表面活性剂体系是耐钙的,因为这减少了对增效剂的需要,所以是优选的方案。

[0035] 优选不需要存在增效剂就能在硬水中有效洗涤的表面活性剂混合物。如果它们通过了下文中提出的测试的话,这样的混合物就被称为耐钙的表面活性剂混合物。然而,本发明也可以用于软水洗涤,所述软水是天然存在的或利用软水剂制成的。在这种情况下,耐钙性不再重要,并且可以使用并非耐钙的那些混合物。

[0036] 如下测试表面活性剂混合物的耐钙性:

[0037] 所讨论的表面活性剂混合物制成每升水0.7g表面活性剂固体的浓度,所述水含有足够的钙离子以产生40的French硬度(4×10^{-3} 摩尔 Ca^{2+})。向所述溶液添加其他不含硬度离子的电解质,例如氯化钠、硫酸钠和氢氧化钠,以将离子强度调节到0.05M并将pH调节到10。在样品制备之后15分钟测量波长540nm的光通过4mm样品的吸收。做十次测量并计算平均值。给出小于0.08的吸收值的样品被认为是耐钙的。

[0038] 满足上述耐钙性测试的表面活性剂混合物的例子包括下述的那些:其具有LAS表面活性剂(本身不是耐钙的)作为主要部分与一种或多种耐钙的其他表面活性剂(助表面活性剂)混合,产生充分耐钙以致可在很少或没有增效剂下使用并通过所给定的测试的混合物。合适的耐钙的助表面活性剂包括SLES 1-7 EO,和烷基-乙氧基化物非离子型表面活性剂,特别是熔点低于40°C的那些。

[0039] LAS/SLES表面活性剂混合物具有优于LAS非离子型表面活性剂混合物的泡沫特性,因此是需要高水平泡沫的手洗制剂中优选的。SLES可以使用的水平最多为表面活性剂混合物的30重量%。

[0040] 水溶性无机盐

[0041] 水溶性无机盐优选选自碳酸钠、氯化钠、硅酸钠和硫酸钠、或其混合物,最优选总水溶性无机盐的70至100重量%是碳酸钠。水溶性无机盐在颗粒上作为涂层存在。水溶性无机盐优选以将所述洗衣用洗涤剂颗粒的粘度降低至一个值的水平存在,在该值下所述颗粒是自由流动的。

[0042] 本领域技术人员将理解,虽然可以施加具有相同或不同涂层材料的多个涂层,但

为操作简单和使涂覆的厚度最大化,优选单层涂覆。为了使洗涤剂颗粒的抗结块性能的结果最好,涂覆的量应该是所述颗粒的 1 至 40 重量%、优选 20 至 40 重量%、更优选 25 至 35 重量%。

[0043] 所述涂层优选通过从水溶性无机盐的水溶液沉积而施加于表面活性剂核的表面上。或者,可以使用浆料进行涂覆。所述水溶液优选含有大于 50g/L、更优选 200g/L 的所述盐。已经发现,所述涂覆溶液在流化床中的水性喷雾给出良好的结果,并还可以在所述流化过程期间对洗涤剂颗粒产生轻微的圆滑作用。可能需要干燥和 / 或冷却来完成所述过程。

[0044] 优选的耐钙的涂覆洗衣用洗涤剂颗粒中的表面活性剂包含 15 至 100 重量%的阴离子型表面活性剂,表面活性剂的 20 至 30 重量%是月桂基醚硫酸钠。

[0045] 染料

[0046] 添加染料到涂覆浆料中并搅拌,然后施涂到颗粒的核上。施涂可以通过任何合适的方法,优选如上面详细所述的喷雾到核颗粒上来进行。

[0047] 染料描述于 K. Hunger 编著的 2003 年的 Wiley-VCH ISBN3-527-30426-6 的《工业染料》(Industrial Dyes) 中。

[0048] 用于本发明中的染料与 1 至 4 个磺酸基团、优选 1 至 2 个磺酸基团共价结合。

[0049] 合适的染料可以选自染料索引 (Color Index) (Society of Dyers and Colourists and American Association of Textile Chemists and Colorists) 中列出的酸性和直接染料。优选染料是酸性染料。

[0050] 染料可以是任何颜色的,优选染料是蓝色、紫色、绿色或红色的。最优选染料是蓝色或紫色的。

[0051] 染料优选选自具有蒽醌、单偶氮、双偶氮、咕吨 (xanthene)、酞菁、和吩嗪发色团的那些染料。

[0052] 更优选所述染料选自具有蒽醌、单偶氮和吩嗪发色团的那些染料。最优选所述染料选自蒽醌和吩嗪发色团。

[0053] 优选所述染料选自:酸性蓝 80、酸性蓝 62、酸性紫 43、酸性绿 25、直接蓝 86、酸性蓝 59、酸性蓝 98、直接紫 9、直接紫 99、直接紫 35、直接紫 51、酸性紫 50、酸性黄 3、酸性红 94、酸性红 51、酸性红 95、酸性红 92、酸性红 98、酸性红 87、酸性黄 73、酸性红 50、酸性紫 9、酸性红 52、食品黑 1、食品黑 2、酸性红 163、酸性黑 1、酸性橙 24、酸性黄 23、酸性黄 40、酸性黄 11、酸性红 180、酸性红 155、酸性红 1、酸性红 33、酸性红 41、酸性红 19、酸性橙 10、酸性红 27、酸性红 26、酸性橙 20、酸性橙 6、磺化 Al 和 Zn 酞菁。

[0054] 染料优选是遮蔽 (shading) 染料,以赋予洗衣织物白色的感觉,优选酸性紫 50、溶剂紫 13、分散紫 27、分散紫 28、烷氧基化噻吩、或如 WO 2009/141172 和 WO 2009/141173 所述的阳离子吩嗪。当存在遮蔽染料时,优选存在其它绿色染料,以将颗粒颜色从紫色转变成蓝绿色。

[0055] 可以使用染料的组合。

[0056] 所述染料优选作为附聚物 (agglomerate) 存在于涂层中。附聚物是含 4 个或更多个染料分子的明显颗粒。每个明显的附聚物优选由大于 16 个染料分子组成。

[0057] 涂覆的洗衣用洗涤剂颗粒

[0058] 优选地,所述涂覆的洗衣用洗涤剂颗粒在 293K 和 50%相对湿度下包含 0 至 10 重

量%的水,更优选 1 至 5 重量%的水。

[0059] 优选地,所述涂覆的洗衣用洗涤剂颗粒占包装的洗衣用洗涤剂制剂的 10 至 100 重量%、更优选 50 至 100 重量%、甚至更优选 80 至 100 重量%、最优选 90 至 100 重量%。

[0060] 所述包装是用于向公众销售的市售制剂的包装,优选为 0.01kg 至 5kg、优选 0.02kg 至 2kg、最优选 0.5kg 至 2kg。

[0061] 优选地,所述涂覆的洗衣用洗涤剂颗粒使得至少 90 至 100%的涂覆洗衣用洗涤剂颗粒中最大与最小的涂覆洗衣用洗涤剂颗粒在 x、y 和 z 尺寸上的变化在 20%以内、优选 10%以内。

[0062] 关于白色的洗衣用洗涤剂颗粒的光学性质,它们被感知为白色,但是具有以下参数: $L^* > 70$, a^* 和 b^* 为从 -5 至 +5,优选 b^* 从 -1 至 +5,优选 a^* 从 -2 至 +2。

[0063] 含水量

[0064] 所述颗粒优选包含 0 到 15 重量%的水,更优选 0 到 10 重量%,最优选 1 到 5 重量%的水。这促进了所述颗粒的储存稳定性和它的机械性质。

[0065] 其他助剂

[0066] 所述涂层或核中可以存在如下所述的助剂。它们可以存在于核或涂层中。

[0067] 荧光剂

[0068] 涂覆的洗衣用洗涤剂颗粒优选包含荧光剂(荧光增白剂)。荧光剂是公知的,并且许多这样的荧光剂是市售的。通常,这些荧光剂以它们的碱金属盐例如钠盐的形式供应和使用。所述组合物中使用的一种或多种荧光剂的总量通常为 0.005 到 2 重量%,更优选 0.01 到 0.1 重量%。适合用于本发明的荧光剂描述在 K. Hunger 编著的《工业染料》(Industrial Dyes) 第 7 章(2003 年, Wiley-VCH ISBN 3-527-30426-6) 中。

[0069] 优选的荧光剂选自以下类别:二苯乙烯联苯、三嗪基氨基均二苯代乙烯、二(1,2,3-三唑-2-基)均二苯代乙烯、二(苯并[b]呋喃-2-基)联苯、1,3-二苯基-2-吡啶啉和香豆素。所述荧光剂优选是磺化的。

[0070] 优选的荧光剂类别是:二-苯乙烯联苯化合物,例如 Tinopal(商标)CBS-X,二-胺均二苯代乙烯二磺酸化合物,例如 Tinopal DMS pure Xtra 和 Blankophor(商标)HRH,和吡啶啉化合物,例如 Blankophor SN。优选的荧光剂是:2(4-苯乙基-3-磺苯基)-2H-萘酚[1,2-d]三唑钠,4,4'-二{[4-苯胺基-6-(N-甲基-N-2-羟乙基)氨基-1,3,5-三嗪-2-基]}氨基}均二苯代乙烯-2-2'二磺酸二钠,4,4'-二{[4-苯胺基-6-吗啉基-1,3,5-三嗪-2-基]}氨基}均二苯代乙烯-2-2'二磺酸二钠,和 4,4'-二(2-磺基苯乙烯基)联苯二钠。

[0071] Tinopal® DMS 是 4,4'-二{[4-苯胺基-6-吗啉基-1,3,5-三嗪-2-基]}氨基}均二苯代乙烯-2-2'二磺酸二钠的二钠盐。Tinopal® CBS 是 4,4'-二(2-磺基苯乙烯基)联苯二钠的二钠盐。

[0072] 香料

[0073] 优选所述组合物包含香料。所述香料优选为 0.001 到 3 重量%、最优选 0.1 到 1 重量%。许多合适的香料实例提供在 CFTA Publications 出版的 CTFA(化妆品及盥洗用品、香水协会(Cosmetic, Toiletry and Fragrance Association))1992 年国际买家指南(1992 International Buyers Guide), 和 Schnell Publishing Co. 出版的 OPD 1993 年化学品买

家目录 80 周年版 (Chemicals Buyers Directory 80th Annual Edition) 中。

[0074] 制剂中存在多种香料组份是很寻常的。在本发明的组合物中,可有四种或更多种、优选五种或更多种、更优选六种或更多种或甚至七种或更多种不同的香料组份。

[0075] 在香料混合物中,优选 15 到 25 重量%是头香。头香由 Poucher 定义 (Journal of the Society of Cosmetic Chemists 6(2):80[1955])。优选的头香选自柑橘油、里哪醇、乙酸里哪酯、熏衣草、二氢月桂烯醇、玫瑰醚和顺式-3-己醇。

[0076] 优选所述涂覆的洗衣用洗涤剂颗粒不含过氧漂白剂,例如过碳酸钠、过硼酸钠和过酸。

[0077] 颜料

[0078] 所述涂覆的洗衣用洗涤剂颗粒可以包含一种或多种有机或无机颜料来提供颜色。所述颜色优选与染料不同,使得在溶解时,液体的颜色与经涂覆的洗衣洗涤剂颗粒不同。例如,涂覆的洗衣用洗涤剂颗粒被颜料染成红色并且含有蓝色染料,以给出蓝色的液体颜色。合适的无机颜料描述在 G. Buxbaum 和 G. Pfaff 编著的《工业无机颜料》(Industrial Inorganic Pigments)(第三版, Wiley-VCH 2005) 中。合适的有机颜料描述在 W. Herbst 和 K. Hunger 编著的《工业有机颜料》(Industrial Organic Pigments)(第三版, Wiley-VCH 2004) 中。颜料列举在国际染色家协会和美国纺织品染化师协会 2002(international © Society of Dyers and Colourists and American Association of Textile Chemists and Colorists 2002) 的染料索引中

[0079] 颜料是有色颗粒,优选它们具有的初级颗粒尺寸为 0.02 至 10 μm ,其中该值代表初级颗粒的最长尺寸。通过扫描电子显微镜测量所述的初级颗粒尺寸。最优选有机颜料的初级颗粒尺寸在 0.02 和 0.2 μm 之间。

[0080] 合适的有机颜料优选选自单偶氮颜料、 β -萘酚颜料、萘酚 AS 颜料、偶氮颜料色淀、苯并咪唑酮颜料、金属络合物颜料、异吲哚啉酮和异吲哚啉颜料、酞菁颜料、喹吖啶酮颜料、二萘嵌苯和芘颜料、吡咯并吡咯二酮颜料、硫靛蓝颜料、蒽醌颜料、蒽素喹啉(anthrapyrimidine) 颜料、黄烷酮颜料、蒽嵌蒽醌颜料、二恶嗪颜料和喹酞酮颜料。

[0081] 优选的颜料是颜料绿 8、颜料黄 1、颜料黄 3、颜料橙 1、颜料红 4、颜料红 3、颜料红 22、颜料红 112、颜料红 7、颜料棕 1、颜料红 5、颜料红 68、颜料红 51、颜料 53、颜料红 53:1、颜料红 49、颜料红 49:1、颜料红 49:2、颜料红 49:3、颜料红 64:1、颜料红 57、颜料红 57:1、颜料红 48、颜料红 63:1、颜料黄 16、颜料黄 12、颜料黄 13、颜料黄 83、颜料橙 13、颜料紫 23、颜料红 83、颜料蓝 60、颜料蓝 64、颜料橙 43、颜料蓝 66、颜料蓝 63、颜料紫 36、颜料紫 19、颜料红 122、颜料蓝 16、颜料蓝 15、颜料蓝 15:1、颜料蓝 15:2、颜料蓝 15:3、颜料蓝 15:4、颜料蓝 15:6、颜料绿 7、颜料绿 36、颜料蓝 29、颜料绿 24、颜料红 101:1、颜料绿 17、颜料绿 18、颜料绿 14、颜料棕 6、颜料蓝 27 和颜料紫 16。

[0082] 颜料优选的存在量为 0.001 至 0.1 重量%。

[0083] 聚合物

[0084] 所述组合物可以包含一种或多种其它的聚合物。实例是羧甲基纤维素、聚(乙二醇)、聚(乙烯醇)、聚乙烯亚胺、乙氧基化聚乙烯亚胺、水溶性聚酯聚合物、聚羧酸酯例如聚丙烯酸酯、马来酸/丙烯酸共聚物和甲基丙烯酸月桂酯/丙烯酸共聚物。

[0085] 酶

[0086] 本发明的组合中优选存在一种或多种酶。

[0087] 优选每种酶的水平是基于产品计 0.0001 重量%至 0.5 重量%蛋白质。

[0088] 特别可使用的酶包括蛋白酶、 α -淀粉酶、纤维素酶、脂肪酶、过氧化物酶/氧化酶、果胶酸裂解酶、和甘露聚糖酶,或其混合物。

[0089] 适合的脂肪酶包括细菌或真菌来源的那些脂肪酶。包括化学修饰或蛋白质工程的突变体。有用的脂肪酶的实例包括源自腐质霉属 (*Humicola*) (同义词嗜热真菌属 (*Thermomyces*)) 的脂肪酶,例如源自 EP 258068 和 EP 305216 中所述的疏棉状腐质霉 (*H. lanuginosa*) (细毛嗜热霉 (*T. lanuginosus*)) 或出自 WO 96/13580 中所述的特异腐质霉 (*H. insolens*);假单胞菌属 (*Pseudomonas*) 脂肪酶,例如源自产碱假单胞菌属 (*P. alcaligenes*) 或类产碱假单胞菌 (*P. pseudoalcaligenes*) (EP 218 272)、洋葱假单胞菌 (*P. cepacia*) (EP 331 376)、斯氏假单胞菌 (*P. stutzeri*) (GB 1,372,034)、荧光假单胞菌 (*P. fluorescens*)、假单胞菌属菌株 SD 705 (WO 95/06720 和 WO 96/27002),威斯康星假单胞菌 (*P. wisconsinensis*) (WO 96/12012);芽孢杆菌属 (*Bacillus*) 脂肪酶,例如源自枯草芽孢杆菌 (*B. subtilis*) (Dartois 等 (1993), *Biochemica et Biophysica Acta*, 1131, 253-360)、嗜热脂肪芽孢杆菌 (*B. stearothermophilus*) (JP 64/744992) 或短小芽孢杆菌 (*B. pumilus*) (WO 91/16422)。

[0090] 其他实例有脂肪酶变体,例如下列文献中描述的那些:WO 92/05249、WO 94/01541、EP 407 225、EP 260 105、WO 95/35381、WO 96/00292、WO 95/30744、WO 94/25578、WO 95/14783、WO 95/22615、WO 97/04079、WO 97/07202、WO 00/60063、WO 09/107091 和 W009/111258。

[0091] 优选的可商购的脂肪酶包括 Lipolase[™] 和 Lipolase Ultra[™], Lipex[™] (Novozymes A/S) 和 Lipoclean[™]。

[0092] 本发明的方法可以在归类为 EC 3.1.1.4 和 / 或 EC 3.1.1.32 的磷脂酶存在下进行。在本文中使用时,术语磷脂酶是指对磷脂有活性的酶。

[0093] 磷脂,例如卵磷脂或磷脂酰胆碱,由甘油的外部 (sn-1) 和中部 (sn-2) 位置被两个脂肪酸酯化并且其第三个位置被磷酸酯化而构成;所述磷酸进而可以被酯化为氨基醇。磷脂酶是参与磷脂水解的酶。可以区别几种类型的磷脂酶活性,包括水解一个脂酰基 (分别在 sn-1 和 sn-2 位置) 形成溶血磷脂的磷脂酶 A₁ 和 A₂;和可以水解溶血磷脂中剩余脂酰基的溶血磷脂酶 (或磷脂酶 B)。磷脂酶 C 和磷脂酶 D (磷酸二酯酶) 分别释放二酰基甘油或磷脂酸。

[0094] 合适的蛋白酶包括动物、植物或微生物来源的蛋白酶。优选微生物来源的。包括化学修饰或蛋白质工程的突变体。所述蛋白酶可以是丝氨酸蛋白酶或金属基蛋白酶,优选碱性微生物蛋白酶或类胰蛋白酶。优选的市售蛋白酶包括 Alcalase[™]、Savinase[™]、Primase[™]、Duralase[™]、Dyrazym[™]、Esperase[™]、Everlase[™]、Polarzyme[™] 和 Kannase[™] (Novozymes A/S)、Maxatase[™]、Maxacal[™]、Maxapem[™]、Properase[™]、Purafect[™]、Purafect OxP[™]、FN2[™]、和 FN3[™] (Genencor International Inc.)。

[0095] 本发明的方法可以在归类为 EC 3.1.1.74 的角质酶存在下进行。本发明使用的角质酶可以是任何来源的。优选的角质酶是微生物来源的,特别是细菌、真菌或酵母来源的。

[0096] 合适的淀粉酶 (α 和 / 或 β) 包括细菌或真菌来源的淀粉酶。包括化学修饰

或蛋白质工程的突变体。淀粉酶包括例如如下来源的 α -淀粉酶：芽孢杆菌属、例如在 GB 1,296,839 中有更详细描述的地衣形芽胞杆菌 (*B. licheniformis*) 特殊菌株、或 WO 95/026397 或 WO 00/060060 中公开的芽孢杆菌菌株。市售的淀粉酶是 Duramyl™、Termamyl™、TermamylUltra™、Natalase™、Stainzyme™、Fungamyl™ 和 BAN™ (Novozymes A/S)、Rapidase™ 和 Purastar™ (来自 Genencor International Inc.)。

[0097] 合适的纤维素酶包括细菌或真菌来源的那些纤维素酶。包括化学修饰或蛋白质工程的突变体。合适的纤维素酶包括源自芽孢杆菌属、假单胞菌属、腐质霉菌属、镰刀菌属 (*Fusarium*)、梭孢壳属 (*Thielavia*)、枝顶孢属 (*Acremonium*) 的纤维素酶，例如 US 4,435,307、US 5,648,263、US 5,691,178、US 5,776,757、WO 89/09259、WO 96/029397 和 WO 98/012307 中公开的由特异腐质霉 (*Humicola insolens*)、土生梭孢霉 (*Thielavia terrestris*)、嗜热毁丝霉 (*Myceliophthora thermophila*) 和尖孢镰刀菌 (*Fusarium oxysporum*) 产生的真菌纤维素酶。可商购的纤维素酶包括 Celluzyme™、Carezyme™、Endolase™、Renozyme™ (Novozymes A/S)、Clazinase™ 和 Puradax HA™ (Genencor International Inc.)、和 KAC-500 (B)™ (Kao Corporation)。

[0098] 合适的过氧化物酶/氧化酶包括植物、细菌或真菌来源的那些。包括化学修饰或蛋白质工程的突变体。有用的过氧化物酶的例子包括出自鬼伞属 (*Coprinus*)、例如出自灰盖鬼伞 (*C. cinereus*) 的过氧化物酶，及其变体，如 WO 93/24618、WO 95/10602 和 WO 98/15257 中描述的那些。市售的过氧化物酶包括 Guardzyme™ 和 Novozym™ 51004 (Novozymes A/S)。

[0099] 适用的其它酶公开在 WO2009/087524、WO2009/090576、WO2009/148983 和 WO2008/007318 中。

[0100] 酶稳定剂

[0101] 组合物中存在的任何酶可以利用常规的稳定剂稳定，所述稳定剂例如，多元醇（如丙二醇或甘油）、糖或糖醇、乳酸、硼酸、或硼酸衍生物例如芳族硼酸酯、或苯基硼酸衍生物例如 4-甲酰基苯基硼酸，并且所述组合物可以按照例如 WO 92/19709 和 WO 92/19708 中的描述配制。

[0102] 在烷基长得足以形成分支链或环状链时，所述烷基包含支链、环状和直链的烷基链。烷基优选是直链或支链的，最优选直链的。

[0103] 除非另有说明，“一”或“一个”和相应的“所述”在本文中使用时是指至少一个、或一个或多个。除非另作说明，该单数形式包括复数。

[0104] 所述涂覆的洗衣用洗涤剂颗粒中可以存在螯合剂。

[0105] 优选所述涂覆的洗涤剂颗粒的核壳比为 3 至 1 : 1，最优选 2.5 至 1.5 : 1；最佳核壳比是 2 : 1。

[0106] 试验

[0107] LAS 是指直链烷基苯磺酸酯。PAS 是指伯烷基硫酸酯。NI 是指平均具有 30 个乙氧基化单元和 C12-14 烷基链的乙氧基化醇非离子型表面活性剂。具体使用下列物质：

[0108] LAS-UFASAN 65，获自 Unger，

[0109] PAS-Stepanol CFAS70，获自 Stepan，和

[0110] NI-Leutensol A0 30 获自 BASF。

[0111] 实施例 1:(颗粒制造)

[0112] 制造含有酸性紫 50 的两种涂覆的洗衣用洗涤剂颗粒颜色,使得:

[0113] 颗粒 1 在核中含有酸性紫 50(参照)

[0114] 颗粒 2 在碳酸盐涂层中含有酸性紫 50

[0115] 所述颗粒是扁椭球体,具有以下尺寸: $x = 1.1\text{mm}$, $y = 4.0\text{mm}$, $z = 5.0\text{mm}$ 。

[0116] 所述颗粒每个重 $\sim 0.013\text{g}$ 。

[0117] 颗粒 1 看起来呈现紫色,颗粒 2 看起来呈现灰白色。

[0118] 制备颗粒 1 的核

[0119] 1962.5g 干燥、磨细的表面活性剂混合物(LAS/PAS/NI 以重量计 68/17/15)与 37.38g 香料油和 0.124g 酸性紫 50 染料彻底混合。然后利用 ThermoFisher 24HC 双螺杆挤出机以 8kg/hr 的速率运行,挤出所述混合物。挤出机的入口温度设置在 20℃,在马上要到模具板之前上升至 40℃。使用的模具板钻有 6 个直径 5mm 的圆形孔。

[0120] 挤出的制品在模具板之后利用设置成产生厚度 $\sim 1.1\text{mm}$ 的颗粒的高速切割器进行切割。

[0121] 颗粒 1 的涂覆

[0122] 764g 上述的挤出物被装载到 Strea 1 实验室流化床式干燥机(Aeromatic-Fielder AG)的流化室,并利用顶喷配置,使用 1069g 在 748.3g 水中含有 320.7g 碳酸钠的溶液进行喷涂。

[0123] 将所述涂覆溶液通过蠕动泵(Watson-Marlow 101U/R 型)供应给 Strea 1 的喷雾嘴,初速度为 3.3g/min,该速度在所述涂覆试验的过程中上升到 9.1g/min。

[0124] 流化床涂布机运行时,初始进气口空气温度为 55℃,在所述涂覆试验过程中增加到 90℃,同时出口温度在整个涂覆过程中始终保持在 45-50℃的范围。

[0125] 制备颗粒 2 的核

[0126] 1962.9g 干燥、磨细的表面活性剂混合物(LAS/PAS/NI 以重量计 68/17/15)与 37.38g 香料油混合,并利用 ThermoFisher 24HC 双螺杆挤出机,以 8kg/hr 速率运行,挤出所述混合物。挤出机的入口温度设置在 20℃,在马上要到模具板之前上升至 40℃。使用的模具板钻有 6 个直径 5mm 的圆形孔。

[0127] 挤出的制品在模具板之后利用设置成产生厚度 $\sim 1.1\text{mm}$ 的颗粒的高速切割器进行切割。

[0128] 颗粒 2 的涂覆

[0129] 715g 上述挤出物被装载到 Strea 1 实验室流化床式干燥机(Aeromatic-Fielder AG)的流化室,并利用顶喷配置,使用 1000g 溶液进行喷涂,所述溶液在 0.09g 酸性紫 50 和 669.91g 水中含有 300g 碳酸钠。

[0130] 将所述涂覆溶液通过蠕动泵(Watson-Marlow 101U/R 型)供应给 Strea 1 的喷雾嘴,初速度为 2.7g/min,该速度在所述涂覆试验的过程中上升到 25g/min。

[0131] 流化床涂布机运行时,初始进气口空气温度为 60℃,在所述涂覆试验过程中增加到 75℃,同时出口温度在整个涂覆过程中始终保持在 47-52℃的范围。

[0132] 实施例 2:(涂覆的洗衣用洗涤剂颗粒的颜色)

[0133] 利用反射仪(UV 型除外)测量实施例 1 颗粒的颜色并表示为 CIEL*a*b* 值。结果

显示如下：

[0134]

	L*	a*	b*
颗粒 1: 染料在核中(参照)	76.2	2.9	-7.9
颗粒 2: 染料在涂层中	85.8	0.5	4.4

[0135] L* 是明度,随着物体变得有颜色,L* 下降

[0136] a* 是红 - 绿色轴,+ve 值指示红色,-ve 指示绿色

[0137] b* 是黄 - 蓝色轴,+ve 值指示黄色,-ve 指示蓝色

[0138] 颗粒 1 显然是具有负 b* 值的紫色。

[0139] 颗粒 2 是浅黄白色。黄色来自表面活性剂的浅黄色。

[0140] 实施例 3:(染料在涂层中 - 核中包含聚合物及其他次要成分的第二种组合物)

[0141] 制备颗粒 3 的核

[0142] 1000g 干燥、磨细的表面活性剂混合物 (LAS/PAS/NI 以重量计 68/17/15) 与 35g 的 1- 羟基亚乙基 -1,1- 二磷酸四钠盐 (Dequest 2016D, 获自 thermPhos)、50g 聚合物 (Texcare SRA 300F, 获自 Clariant) 和 140g 粒状无水柠檬酸 (粒度 250-710 微米) 彻底混合。利用 ThermoFisher 24HC 双螺杆挤出机,以 8kg/hr 速率运行,挤出所述混合物。挤出机的入口温度设置在 20℃,在马上要到模具板之前上升至 40℃。使用的模具板钻有 6 个直径 5mm 的圆形孔。

[0143] 挤出的制品在模具板之后利用设置成产生厚度 ~ 1.1mm 的颗粒的高速切割器进行切割。

[0144] 颗粒 3 的涂覆

[0145] 750g 上述挤出物被装载到 Strea 1 实验室流化床式干燥机 (Aeromatic-Fielder AG) 的流化室,并利用顶喷配置,使用 1050g 在 0.095g 酸性紫 50 和 734.91g 水中含有 315g 碳酸钠的溶液进行喷涂。

[0146] 将所述涂覆溶液通过蠕动泵 (Watson-Marlow 101U/R 型) 供应给 Strea 1 的喷雾嘴,初速度为 4.7g/min,该速度在所述涂覆试验的过程中上升到 30g/min。

[0147] 流化床涂布机运行时,初始进气口空气温度为 55℃,在所述涂覆试验过程中增加到 72℃,同时出口温度在整个涂覆过程中始终保持在 47-49℃的范围。

[0148] 颗粒 3 看起来呈白色。

[0149] 利用反射计 (UV 型除外) 测量实施例 3 的颗粒的颜色并表示为 CIEL*a*b* 值。结果显示如下：

[0150]

	L*	a*	b*
颗粒 3	90.15	-0.18	3.39

[0151] 实施例 4 : (洗涤液颜色)

[0152] 2.04g 颗粒 2 和 2.25 颗粒 1 分别溶解在 100mL 去矿质水中。溶液以 11000RPM 离心 15 分钟,在 UV-VIS 吸收光谱仪上测量液体的颜色。这两种液体看起来都呈紫色。

[0153] UV-VIS 光谱对这两种溶液均给出了酸性紫 50 的光谱,最大吸收在 570nm。光密度在下表中给出 :

[0154]

	570nm 处的光密度 (5cm)
颗粒 1 :染料在核中 (参照)	0.175
颗粒 2 :染料在涂层中	0.155

[0155] 这两种颗粒都将酸性紫 50 有效传递给溶液。

[0156] 实施例 5 : (染色)

[0157] 将每种 25 个颗粒分散在 20×20cm 的白色棉织物片上,所述棉织物片浸在 500mL 去矿质水中,使得所述布被 2cm 水覆盖。所述颗粒停留 40 分钟,然后将布洗涤、清洗和干燥。计数每块布上染痕的数量,并计算 % 染色。 % 染色是产生染痕的颗粒的分数 :

[0158] $\% \text{ 染色} = 100 \times (\text{染痕数}) / (\text{颗粒数})$

[0159] 结果在下表中给出 :

[0160]

	% 染色
颗粒 1 :染料在核中 (参照)	12
颗粒 2 :染料在涂层中	4

[0161] 令人惊奇地,所述颗粒显示出非常低的染色。染料在涂层中的颗粒令人惊奇地显示出最少的染色。

[0162] 实施例 6 : (颗粒制造)

[0163] 制造含有单磺化染料酸性蓝 80 的三种涂覆的洗衣用洗涤剂颗粒颜色,使得 :

[0164] 颗粒 3 在核中含有酸性蓝 80 (参照),但没有香料

[0165] 颗粒 4 在碳酸盐涂层中含有酸性蓝 80

[0166] 颗粒 5 在碳酸盐涂层中含有酸性蓝 80,但没有香料

[0167] 所述颗粒是扁椭球体,其具有以下尺寸 : $x = 1.1\text{mm}$, $y = 4.0\text{mm}$, $z = 5.0\text{mm}$ 。

[0168] 所述颗粒每个重 ~ 0.013g。

[0169] 制备颗粒 3 的核

[0170] 2000g 干燥、磨细的表面活性剂混合物 (LAS/PAS/NI 以重量计 68/17/15) 与 0.124g 酸性蓝 80 染料彻底混合。然后利用 ThermoFisher 24HC 双螺杆挤出机以 8kg/hr 的速率运行,挤出所述混合物。挤出机的入口温度设置在 20℃,在马上要到模具板之前上升至 40℃。使用的模具板钻有 6 个直径 5mm 的圆形孔。

[0171] 挤出的制品在模具板之后利用设置成产生厚度 ~ 1.1mm 的颗粒的高速切割器进

行切割。

[0172] 颗粒 3 的涂覆

[0173] 764g 上述的挤出物被装载到 Strea 1 实验室流化床式干燥机 (Aeromatic-Fielder AG) 的流化室, 并利用顶喷配置, 使用 1069g 在 748.3g 水中含有 320.7g 碳酸钠的溶液进行喷涂。

[0174] 将所述涂覆溶液通过蠕动泵 (Watson-Marlow 101U/R 型) 供应给 Strea 1 的喷雾嘴, 初速度为 3.3g/min, 该速度在所述涂覆试验的过程中上升到 9.1g/min。

[0175] 流化床涂布机运行时, 初始进气口空气温度为 55℃, 在所述涂覆试验过程中增加到 90℃, 同时出口温度在整个涂覆过程中始终保持在 45-50℃的范围。

[0176] 制备颗粒 4 的核

[0177] 1962.9g 干燥、磨细的表面活性剂混合物 (LAS/PAS/NI 以重量计 68/17/15) 与 37.38g 香料油混合, 所述混合物利用以 8kg/hr 速率运行的 ThermoFisher 24HC 双螺杆挤出机挤出。挤出机的入口温度设置在 20℃, 在马上要到模具板之前上升至 40℃。使用的模具板钻有 6 个直径 5mm 的圆形孔。

[0178] 挤出的制品在模具板之后利用设置成产生厚度 ~ 1.1mm 的颗粒的高速切割器进行切割。

[0179] 颗粒 4 的涂覆

[0180] 715g 上述挤出物被装载到 Strea 1 实验室流化床式干燥机 (Aeromatic-Fielder AG) 的流化室, 并利用顶喷配置, 使用 1000g 在 0.09g 酸性蓝 80 和 669.91g 水中含有 300g 碳酸钠的溶液进行喷涂。

[0181] 将所述涂覆溶液通过蠕动泵 (Watson-Marlow 101U/R 型) 供应给 Strea 1 的喷雾嘴, 初速度为 2.7g/min, 该速度在所述涂覆试验的过程中上升到 25g/min。

[0182] 流化床涂布机运行时, 初始进气口空气温度为 60℃, 在所述涂覆试验过程中增加到 75℃, 同时出口温度在整个涂覆过程中始终保持在 47-52℃的范围。

[0183] 制备颗粒 5 的核

[0184] 2000g 干燥、磨细的表面活性剂混合物 (LAS/PAS/NI 以重量计 68/17/15) 利用以 8kg/hr 速率运行的 ThermoFisher 24HC 双螺杆挤出机挤出。挤出机的入口温度设置在 20℃, 在马上要到模具板之前上升至 40℃。使用的模具板钻有 6 个直径 5mm 的圆形孔。

[0185] 挤出的制品在模具板之后利用设置成产生厚度 ~ 1.1mm 的颗粒的高速切割器进行切割。

[0186] 颗粒 5 的涂覆

[0187] 715g 上述挤出物被装载到 Strea 1 实验室流化床式干燥机 (Aeromatic-Fielder AG) 的流化室, 并利用顶喷配置, 使用 1000g 在 0.09g 酸性蓝 80 和 669.91g 水中含有 300g 碳酸钠的溶液进行喷涂。

[0188] 将所述涂覆溶液通过蠕动泵 (Watson-Marlow 101U/R 型) 供应给 Strea 1 的喷雾嘴, 初速度为 2.7g/min, 该速度在所述涂覆试验的过程中上升到 25g/min。

[0189] 流化床涂布机运行时, 初始进气口空气温度为 60℃, 在所述涂覆试验过程中增加到 75℃, 同时出口温度在整个涂覆过程中始终保持在 47-52℃的范围。

[0190] 实施例 7 : (涂覆的洗衣用洗涤剂颗粒的颜色)

[0191] 利用反射仪 (UV 型除外) 测量实施例 1 的颗粒的颜色并表示为 CIEL*a*b* 值。结果显示如下:

[0192]

	L*	a*	b*
颗粒 3: 染料在核中 (参照)	87.8	-4.9	-2.1

[0193]

颗粒 4: 染料与香料 在涂层中	91.0	-1.6	2.9
颗粒 5: 染料在涂层 中	90.4	-1.8	3.3

[0194] L* 是明度, 随着物体变得有颜色, L* 下降

[0195] a* 是红 - 绿色轴, +ve 值指示红色, -ve 指示绿色

[0196] b* 是黄 - 蓝色轴, +ve 值指示黄色, -ve 指示蓝色

[0197] 颗粒 3 明显是具有负 a* 和 b* 值的蓝绿色。

[0198] 颗粒 4 和 5 是浅黄白色。黄色来自表面活性剂的浅黄色。