[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl[7]
C11D 17/00

[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 01818373.5

[43] 公开日 2004 年 2 月 4 日

[11] 公开号 CN 1473194A

[22] 申请日 2001.10.26 [21] 申请号 01818373.5
[30] 优先权
[32] 2000.10.31 [33] EP [31] 00870254.0
[32] 2000.10.31 [33] EP [31] 00870252.4
[32] 2000.10.31 [33] EP [31] 00870253.2
[32] 2001. 1.19 [33] EP [31] 01870013.8
[32] 2001. 1.19 [33] EP [31] 01870012.0
[86] 国际申请 PCT/US01/51378 2001.10.26
[87] 国际公布 WO02/42407 英 2002.5.30
[85] 进入国家阶段日期 2003.4.30
[71] 申请人 宝洁公司
地址 美国俄亥俄州
[72] 发明人 S·E·萨拉格尔
D·K·范斯保文 J·L·维加
[74] 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司
代理人 刘元金 郭广迅
权利要求书 1 页 说明书 19 页

[54] 发明名称 洗涤剂片剂的再混合方法

[57] 摘要

本发明涉及一种压缩颗粒物质的多相洗涤剂组合物，其中一相的平均颗粒密度与至少另一相的平均颗粒密度相差至少 25 克/升。 本发明组合物的各相易于分离并避免了过度污染，这种污染将会给再混合操作带来问题。 本发明还涉及一种压缩颗粒物质的多相洗涤剂组合物的各相分离方法，其中一相的平均颗粒密度与至少另一相的平均颗粒密度相差至少 25 克/升，所述方法包括下列步骤：(a)使压缩组合物碎裂为颗粒，和(b)根据其密度分离各相。

ISSN1008-4274

1. 一种压缩颗粒物质的多相洗涤剂组合物，其中一相的平均颗粒密度与至少另一相的平均颗粒密度相差至少 25 克/升。

2. 如权利要求 1 所述的洗涤剂组合物，其中一相的平均颗粒密度与至少另一相的平均颗粒密度相差至少 50 克/升。

3. 如权利要求 1 或 2 所述的洗涤剂组合物，其中一相的平均颗粒密度与至少另一相的平均颗粒密度相差至少 100 克/升。

4. 如前述任一项权利要求所述的洗涤剂组合物，其中该组合物具有两相。

5. 如前述任一项权利要求所述的洗涤剂组合物，其中各相以层状形式排列。

6. 如前述任一项权利要求所述的洗涤剂组合物，其中各相以一相插入到另一相的模中的形式排列。

7. 如前述任一项权利要求所述的洗涤剂组合物，其中组合物呈片剂形式。

8. 压缩颗粒物质的多相洗涤剂组合物的相分离方法，其中一相的平均颗粒密度与至少另一相的平均颗粒密度相差至少 25 克/升，所述方法包括下列步骤:

(a) 使压缩组合物碎裂为颗粒，和

(b) 根据它们的密度分离各相。

9. 如权利要求 8 所述的方法，其中至少另一相的平均颗粒密度至少为 100 克/升。

10. 如权利要求 8 或 9 所述的方法，其中将分离后的相返回其各自的预混物中并再次压缩。

洗涤剂片剂的再混合方法

技术领域

本发明涉及片剂再混合的方法以及适用于该方法的洗涤剂片剂。

背景技术

洗涤剂片剂组合物是本领域已知的，并且已知它们与微粒形式的洗涤剂组合物相比具有数种优点，例如易于定量、操作、运输和贮藏。消费者尤其喜欢成型洗涤剂组合物的方便性，因为它们可通过分配皿投药。

多相片剂具有允许将基本上不兼容的成分配制在同一剂量单元中的优点。可以设计片剂使不兼容成分保持物理上分离并可顺次释放那些成分。例如，理想的是配制一种单次用量的包含表面活性剂和织物柔软剂的组合物。但许多常用的表面活性剂会与织物柔软剂形成配合物而导致较差的清洁力、较差的柔软作用以及可能在织物上有残留物。因此，任何包含这两类物质的组合物必须使用有限数量的兼容物质进行配制或者设计为顺次释放所述成分，从而避免不兼容性问题。

片剂通常制备如下：预先混合一种洗涤剂组合物的组分，并使用任何适宜的设备，优选压片机，将预先混合了的洗涤剂组分制成一种片剂。多相片剂典型地制备如下：在压片机中压缩第一种组合物，以形成实质上呈平面的第一层。然后将另一种洗涤剂组合物递送到压片机中置于第一层之上。然后压缩该第二种组合物，以形成另一实质上呈平面的第二层。

任何方法都会产生一定数量的不符合允许将它们装运贸易的质量标准的片剂。例如，损坏了的片剂、不美观的片剂、具有不可接受含量的化学物质的片剂等。为使成本降到最低并有效利用资源，应回收不合格的片剂。当片剂有均匀组成时，则可简单地将不合格片剂捣碎并将微粒物质加回其预混物中。但是，当具有两个或更多个由压缩颗粒材料组成并包含不同材料的不同相时，再混合过程变得较为复杂，因为这些相必须加以分离并使它们与其各自的预混物再混合。

本发明的一个目的是提供一种压缩微粒物质的多相洗涤剂组合

物，该组合物设计得能改善与再混合这类片剂有关的问题。本发明还提供了一种分离多相洗涤剂片剂各相的方法。

发明内容

本发明涉及压缩颗粒物质的多相洗涤剂组合物，其中一相的颗粒的平均密度与至少另一相的颗粒的平均密度相差至少 25 克/升。

本发明的组合物的相易于分离并避免了过度污染，这种污染将会给再混合操作带来问题。

本发明还涉及一种压缩颗粒物质的多相洗涤剂组合物的相分离方法，其中一相的颗粒的平均密度与至少另一相的颗粒的平均密度相差至少 25 克/升，所述方法包括下列步骤：

(a) 使压缩组合物碎裂为颗粒，和

(b) 根据它们的密度分离各相。

本发明的压缩微粒物质可以呈各种形式，如颗粒、珠粒、条状、小丸，及其混合。该颗粒优选固体颗粒，但也可以是液体或凝胶填充的珠粒。

具体实施方式

本发明的多相洗涤剂组合物由压缩颗粒物质制成。组合物的一相的颗粒的平均密度与至少另一相的颗粒的平均密度相差至少 25 克/升。各相的平均密度优选相差至少 50 克/升，更优选相差至少 100 克/升。

可使用 ASTM 方法 D4892-89“Standard Test Method for Density of Solid Pitch (Helium Pycnometer Method)” 测定颗粒的密度。

本发明的洗涤剂组合物可以是任何适宜的形状，例如六角形、正方形、矩形、圆柱形、球形等。本发明的组合物优选矩形或正方形，因为这便于它们在自动洗衣机的分配皿中使用。

本发明的各相可以以任何适宜的方式排列。EP-A-055,100 显示了某些适宜的多相形式。本发明的洗涤剂组合物优选具有两相。这些相优选以层的方式排列，更优选是其中一相插入另一相的模中。如果本发明组合物包含多于两相，则优选，但并非必要的是，其中每一相的平均密度与其余每一相的平均密度相差至少 25 克/升。

本发明尤其可用于由压缩微粒制成的多相片剂。多相洗涤剂片剂典

型地制备如下：在压片机中压缩第一种组合物，以形成第一相。然后将另一种组合物递送到压片机中并在第一相的上面进行压缩。优选使用主要成分为微粒形式。优选以小于 10000 牛顿/平方厘米、更优选不超过 3000 牛顿/平方厘米、甚至更优选不超过 750 牛顿/平方厘米的力压缩片剂。实际上，本发明更为优选的实施方案是使用小于 500 牛顿/平方厘米的力进行压缩。一般地，本发明组合物将使用相对低的力进行压缩，以使其能够快速崩解。适宜的压片设备包括标准单冲压机或旋压机(例如可购自 Courtoy®, Korsch®, Manesty®或 Bonals®)或者 WO-A-00/10800 中所描述的那些。片剂优选在能制备包含一个模型的片剂的压片机中压缩制备。多相片剂可使用已知技术制备。优选使用双冲压原理的压片方法(也描述为有内置第二核心冲头的环形冲头)包括以下步骤：

i) 降低核心冲头并将片剂的核心相送入所形成的腔中，

ii) 降低整个冲头并将环形相送入所形成的腔中，

iii) 使核心冲头提升至环形冲头水平(此步骤可在环形相送入期间或者在压缩步骤期间进行)。

iv) 对着压缩板压缩两个冲头。该压缩相可增加一个预压缩步骤。在该方法结束时，两个冲头处于同一水平。

然后通过将冲头系统升高至转塔头水平，使片剂从冲模腔中脱出。该步骤的次序可根据所期望的最终结果而改变。片剂也可使用双冲头系统制备(一个为下冲头，一个为上冲头)。

本发明组合物的另一种优选形式是用一种膜材料包含的颗粒物质，该材料常称为囊。本发明所用术语“囊”是指一种由水溶性膜制成的密封结构，其中包含两相或两相以上的颗粒物质。囊可以是适于保存该组合物的任何形式、形状和材料，例如，在囊与水接触前不允许组合物从囊中实质性释放出来。确切的实施将取决于以下因素，如囊中组合物的类型和数量、囊中隔室的数量、由囊保存、保护和递送或释放各相所需的特性。优选地，作为一个整体的囊在囊的形成和/或封闭期间被拉伸，这样所得的囊至少是部分拉伸的。

用于本发明的优选水溶性膜包括聚合物、共聚物或其衍生物，它们选自聚乙烯醇、聚乙烯基吡咯烷酮、聚环氧烷、丙烯酰胺、丙烯酸、纤维素、纤维素醚、纤维素酯、纤维素酰胺、聚乙酸乙烯酯、聚羧酸

和盐、聚氨基酸或肽、聚酰胺、聚丙烯酰胺、马来酸/丙烯酸的共聚物、包括淀粉和明胶在内的多糖、天然树胶，例如黄原胶和角叉菜胶。更优选聚乙烯醇、聚乙烯醇共聚物和羟丙基甲基纤维素(HPMC)。高度优选的水溶性膜是包含PVA聚合物并且与下列市售的膜具有类似性能的膜：由美国印地安那州加里的Chris-Craft Industrial Products 公司销售的商品M8630和日本Aicello公司销售的PT-75。

用于制备本发明组合物的颗粒材料可通过任何颗粒化或造粒方法制备。这类方法的实例是喷雾干燥(在同流或逆流喷雾干燥塔中)，喷雾干燥通常提供600 克/升或更低的堆密度。较高堆密度的颗粒材料可通过连续造粒和致密化方法制得(如使用Lodige® CB和/或Lodige® KM搅拌机)。其它适合的方法包括流化床方法、压实方法(如轧辊压实)、挤出法，以及通过任何化学方法如絮凝、结晶sentering等制得的任何颗粒材料。

本发明的各相可包含任何适宜的材料。当各相包含彼此基本上不兼容的成分或者具有不同的消费者显见特性如气味或颜色时本发明尤其有用，因为这使得再混合期间避免污染变得重要。

典型地加到洗涤剂组合物中的材料包括，但不限于，表面活性剂、织物柔软剂、香料、螯合剂、抑泡体系、固色剂、聚合物染料转移抑制剂、减轻织物磨损的聚合物、减皱剂、崩解助剂、酶、漂白剂、助洗剂，及其混合。这些成分更详细的描述如下。

优选具有较大几何平均颗粒直径的相包含一种或多种药剂，该药剂选自织物柔软剂、香料、泡沫抑制体系、减皱剂、螯合剂、固色剂、减轻织物磨损的聚合物，及其混合物。更优选具有较大几何平均颗粒直径的相包含一种或多种药剂，该药剂选自织物柔软剂、香料、泡沫抑制体系，及其混合物。

本发明组合物优选包含表面活性剂。可使用任何适宜的表面活性剂。优选的表面活性剂选自阴离子表面活性剂、两性表面活性剂、两性离子表面活性剂、非离子表面活性剂(包括半极性的非离子表面活性剂)、阳离子表面活性剂，及其混合物。本发明组合物包含的表面活性剂总重量优选占组合物总重量的0.5% 至75%、更优选1% 至50%、最优选5% 至30%。去污表面活性剂是公知的并且在本领域中有充分描述(参见，例如“表面活性剂和洗涤剂”(Surface Active Agents and

Detergents），Vol. I & II，Schwartz，Perry and Beach)。适用于本发明的表面活性剂的一些非限制性实例是:

1. 基本上任何可用于去污目的的非离子表面活性剂均可包括于本发明洗涤剂组合物中。优选的、有用的非离子表面活性剂的非限制性种类包括非离子性乙氧基化醇表面活性剂、封端的烷基烷氧基化表面活性剂、醚封端的聚(烷氧基化的)醇类、非离子性乙氧基化/丙氧基化脂肪醇表面活性剂、非离子性的EO/PO与丙二醇的缩合物、非离子性的EO与环氧丙烷/乙二胺加合物的缩合产物。

在本发明的优选实施方案中，洗涤剂组合物包含一种混合的非离子表面活性剂体系，该体系包含至少一种低浊点非离子表面活性剂和至少一种高浊点非离子表面活性剂。

本发明使用的“浊点”是非离子表面活性剂的公知特性，即随着温度升高导致表面活性剂溶解性变差，因而可观察到第二相出现的温度称为“浊点”(参见 Kirk Othmer's Encyclopedia of Chemical Technology，3rd Ed. Vol. 22，pp. 360-379)。

本发明使用的“低浊点”非离子表面活性剂定义为浊点低于30℃、优选低于20℃、最优选低于10℃的非离子表面活性剂体系成分。

低浊点非离子表面活性剂另外包括聚氧乙烯、聚氧丙烯嵌段聚合物。嵌段的聚氧乙烯-聚氧丙烯聚合物包括那些基于乙二醇、丙二醇、甘油、三羟甲基丙烷和乙二胺作为引发剂反应性氢化合物者。密歇根州怀安多特BASF-Wyandotte公司的一些称为PLURONIC™,REVERSED PLURONIC™,和TETRONIC™的嵌段聚合物类表面活性剂化合物适合于本发明的ADD组合物。优选的实例包括REVERSED PLURONIC™ 25R2和TETRONIC™ 702。本发明中这类表面活性剂典型地用来作为低浊点非离子表面活性剂。

本发明使用的“高浊点”非离子表面活性剂定义为浊点高于40℃、优选高于50℃、最优选高于60℃的非离子表面活性剂体系成分。

2. 基本上所有用于去污目的的阴离子表面活性剂均适用于本发明。这些可包括阴离子性硫酸盐、磺酸盐、羧酸盐和肌氨酸盐(包括，例如钠盐、钾盐、铵盐和有取代铵盐如一乙醇铵盐、二乙醇铵盐和三乙醇铵盐)。优选阴离子性硫酸盐表面活性剂。

其它阴离子表面活性剂包括羟乙基磺酸盐，如酰基羟乙基磺酸盐、

N-酰基牛磺酸盐、甲基氨基乙磺酸盐的脂肪酸酰胺化合物、烷基琥珀酸盐和磺基琥珀酸盐、磺基琥珀酸盐的单酯(尤其饱和的和不饱和的 C_{12}-C_{18} 单酯)、磺基琥珀酸盐的二酯(尤其饱和的和不饱和的 C_6-C_{14} 二酯)、N-酰基肌氨酸盐。树脂酸和氢化树脂酸也是合适的，例如松香、氢化松香以及存在于牛油中或由牛油衍生的树脂酸和氢化树脂酸。

仲烷基硫酸盐表面活性剂也适用于本发明。这些包括 US-A-6,015,784 中所公开的那些。优选的仲烷基硫酸盐表面活性剂是具有沿分子烃基“主链”无规分布的硫酸根部分的那些物质。这类物质可用下列结构来描述:

$$CH_3(CH_2)_n(CHOSO_3^-M^+)(CH_2)_mCH_3$$

式中 m 和 n 是 2 和大于 2 的整数，并且 m + n 之和典型地为 9 至 17，且 M 是水溶性阳离子。用于本发明的优选的仲烷基表面活性剂具有下列结构式:

$$CH_3(CH_2)_x(CHOSO_3^-M^+)CH_3，和$$
$$CH_3(CH_2)_y(CHOSO_3^-M^+)CH_2CH_3$$

式中 x 和(y+1)是至少为 6、优选为 7 至 20、更优选为 10 至 16 的整数。M 是阳离子，如碱金属、铵、链烷醇铵、碱土金属或类似物。典型地使用钠盐。适用于本发明的仲烷基表面活性剂的更多细节描述于 US-A-6015784 中。

3. 适用于本发明的两性表面活性剂包括胺氧化物表面活性剂和烷基两性羧酸。

4. 两性离子表面活性剂也可掺入到本发明的洗涤剂组合物中。这些表面活性剂可广义地描述为仲胺和叔胺衍生物、杂环仲胺和叔胺的衍生物或者季铵、季磷或叔锍化合物的衍生物。内铵盐和磺基内铵盐表面活性剂是可用于本发明的两性离子表面活性剂的实例。

适宜的内铵盐是符合下式的化合物: $R(R^1)_2N^+R^2COO^-$，式中 R 是一个 C_6-C_{18} 的烃基，每个 R^1 典型地为 C_1-C_3 的烷基，并且 R^2 是一个 C_1-C_5 的烃基。优选内铵盐是己酸 C_{12}-C_{18} 二甲基铵和 C_{10}-C_{18} 的酰氨基丙烷(或乙烷)二甲基(或二乙基)内铵盐。配合的内铵盐表面活性剂也适

用于本发明。

5. 用于本发明的阳离子酯表面活性剂优选的是具有表面活性剂特性的水分散性化合物，该化合物包含至少一个酯(即-COO-)键和至少一个阳离子电荷基团。其它适宜的阳离子酯表面活性剂，包括胆碱酯表面活性剂，例如已公开于 US-A-4228042、US-A-4239660 和 US-A-4260529 中。

合适的阳离子表面活性剂包括选自下列的季铵表面活性剂：单 C_6-C_{16}，优选 C_6-C_{10} N-烷基或链烯基铵表面活性剂，其中剩余的 N 位置有甲基、羟乙基或羟丙基取代。

用于本发明的优选的表面活性剂选自阴离子磺酸盐表面活性剂(尤其直链烷基苯磺酸盐)、阴离子硫酸盐表面活性剂(尤其 C_{12}-C_{18} 烷基硫酸盐)、仲烷基硫酸盐表面活性剂、非离子表面活性剂及其混合物。

用于本发明的高度优选的药剂是香料。在本说明书上下文中，术语“香料”是指任何散发气味的物质或者任何用作臭味冲消剂的物质。一般说来，这类物质的特征在于在环境温度下其蒸汽压高于大气压。用于本发明的香料或除臭剂在环境温度下大多是液体，但也可以是业内已知的固体，如各种樟脑(Camphoraceous)香料。许多化学物质由于作为香料使用而知名，包括例如醛类、酮类、酯类及其类似物等物质。最常用的、天然存在的植物和动物油以及渗出物，包括各种化学组分的复合混合物也已知用作香料，并且这类物质可用于本发明。本发明中的香料在其组成上可以相对简单或者也可包含天然或合成化学组分的高度精细复杂的混合物，所有这些都进行选择以提供任何需要的气味。

本发明的香料组分可包含装入胶囊的香料、香料原、纯香料物质，及其混合物。

通常是固体的香料也可用于本发明。这些物质在掺入颗粒中之前可以与液化剂如溶剂一起混合，或者可简单地熔融或掺入，只要香料在加热时不会升华或者分解即可。

香料还包括作为臭味冲消剂使用的物质。这些物质，在本发明中虽然也称为“香料”，它们自身不具有可辨别的气味，但可以掩盖或减少任何使人不愉快的气味。适宜的臭味冲消剂的实例公开于美国专利 3,102,101 中。

香料组分还可包含香料原。香料原是在与外部刺激例如水分、pH、化学反应相互作用时释放香料的香料前体。适用于本发明的香料原包

括业内已知的那些。实例可见 US-A-4,145,184、US-A-4,209,417、US-A-4,545,705、US-A-4,152,272、US-A-5,139,687 和 US-A-5,234,610。

本发明组合物优选包含 0.05% 至 15%、优选 0.1% 至 10%、最优选 0.5%至 5% 重量的香料组分。

优选本发明组合物包含崩解助剂。本发明使用的术语“崩解助剂”是指在与水接触时具有加速本发明组合物的基体分散的作用的一种物质或物质的混合物。这可呈现下列形式：加速崩解本身的物质或者使组合物能以加速水本身的崩解作用的方式配制或加工的物质。例如，适宜的崩解助剂包括与水接触时溶胀的粘土(从而破坏组合物的基体)和包衣剂，该包衣剂在加工期间允许使用较低压力以提高片剂的完整性 (从而使片剂的致密性较差，且更容易分散)。可使用任何适宜的崩解助剂，但它们优选选自崩解剂、包衣剂、泡腾剂、粘结剂、粘土、高度可溶性化合物、粘合性化合物，及其混合物。

1. 本发明的组合物可包含一种当与水接触时溶胀的崩解剂。用于本发明的崩解剂包括 Handbook of Pharmaceutical Excipients (1986)中描述的那些。适宜的崩解剂实例包括粘土，例如膨润土；淀粉：天然的、改性的或预明胶化的淀粉、淀粉葡糖酸钠；树脂：琼脂、瓜耳胶、槐树豆胶、刺梧桐树胶、果胶、黄蓍胶；交联缩甲基纤维素钠、交联聚维酮、纤维素、羧甲基纤维素、藻酸及其盐（包括藻酸钠）、二氧化硅、聚乙烯吡咯烷酮、大豆多糖、离子交换树脂，及混合物。

2. 本发明的组合物可进行包衣。包衣在保持或改善溶解的同时可改善成形组合物的机械特性。这非常有利地适用于多层片剂，从而通过使用包衣可减轻多相加工的机械制约，因而改善片剂的机械完整性。优选用于本发明的包衣剂和方法描述于 EP-A-846,754 中，该文献引入本发明以供参考。如 EP-A-846,754 中所述，优选的包衣剂成分如二羧酸。尤其适合的二羧酸选自草酸、丙二酸、琥珀酸、戊二酸、己二酸、庚二酸、辛二酸、壬二酸、癸二酸、十一烷二酸、十二烷二酸、十三烷二酸及其混合物。最优选己二酸。包衣剂优选包含一种如上文所述的崩解剂，该崩解剂与水接触时将溶胀并使包衣破裂成小片。优选包衣剂包含一种阳离子交换树脂，如由 Purolite 公司以名称 *Purolite*® C100NaMR 即磺化的聚(苯乙烯-二乙烯基苯)共聚物的钠盐和以名称 *Purolite*® C100CaMR 即磺化的聚(苯乙烯-二乙烯基苯)共聚物的钙盐销售的那些。

3. 本发明组合物可包含一种泡腾剂。本发明使用的泡腾剂是指作为可溶性酸源和碱金属碳酸盐之间化学反应的结果而产生二氧化碳气体，从而从液体中冒出气泡。向洗涤剂中加入这种泡腾剂缩短组合物的崩解时间。加入量优选为组合物重量的 0.1% 至 20%，更优选 5% 至 20%。优选泡腾剂应以不同颗粒的附聚物形式或者以压紧物形式但不作为单独的颗粒加入。

4. 通过使用化合物如乙酸钠、次氮基三乙酸及其盐或尿素可提供其它的分散助剂。适宜的分散助剂清单见 Pharmaceutical Dosage Forms: Tablets，第 1 卷，第 2 版，H. A. Lieberman 等编辑，ISBN 0-8247-8044-2。

5. 为有助于分散，可将非胶凝化粘结剂加到形成片剂的颗粒中。它们优选选自合成的有机聚合物，如聚乙二醇、聚乙烯基吡咯烷酮、聚乙酸酯、水溶性丙烯酸酯共聚物，及其混合物。Pharmaceutical Excipients 2nd Edition 手册具有下列粘结剂种类：阿拉伯胶、藻酸、卡波姆、羧甲基纤维素钠、糊精、乙基纤维素、明胶、瓜耳胶、I 型氢化植物油、羟乙基纤维素、羟丙基甲基纤维素、液体葡萄糖、铝硅酸镁、麦芽糖糊精、甲基纤维素、聚甲基丙烯酸酯、聚维酮、藻酸钠、淀粉和玉米蛋白。最优选的粘结剂在洗涤中还具有活性清洁功能，如阳离子聚合物。实例包括乙氧基化六亚甲基二胺季化合物、双六亚甲基三胺或其它如五胺、乙氧基化聚乙烯胺、马来酸丙烯酸聚合物。

6. 本发明组合物还可包含可膨胀粘土。本发明使用的术语“可膨胀”是指在与水接触时具有溶胀(或膨胀)能力的粘土。这些通常是三层粘土，如具有至少 50 毫克当量/100 克粘土的离子交换容量的硅铝酸盐和硅酸镁。本发明中使用的三层可膨胀粘土在地质学上分类为绿土类。可用于本发明的粘土实例包括蒙脱石、铬高岭石、绿脱石、锂蒙脱石、皂石、锌蒙脱石、蛭石，及其混合物。本发明中的粘土可以以不同商品名获得，例如 Thixogel #1 和 Gelwhite GP（得自 Georgia Kaolin Co.，Elizabeth，NJ，USA）；Volclay BC 和 Volclay #325（得自 American Colloid Co.，Skokie，IL，USA）；Black Hills Bentonite BH450（得自 International Minerals and Chemicals）；以及 Veegum Pro 和 Veegum F（得自 R.T.Vanderbilt）。应该认识到以上述商品名获得的绿土类矿物可包含各种离散矿石实体的混合物。这类绿土矿物的混合物适用于本发明。

7. 本发明的组合物可包含高度可溶的复合物。这类复合物可以由混合物或单一的化合物形成。实例包括乙酸盐、尿素、柠檬酸盐、磷酸盐、二异丁基苯磺酸钠(DIBS)、甲苯磺酸钠，及其混合物。

8. 本发明组合物可包含一种在形成组合物的洗涤剂基体上具有粘合作用的化合物。形成该片剂的洗涤剂基体的颗粒材料上的粘合作用是用以受控压缩条件下压制的所考察洗涤剂基体为依据的、使一个片剂或一层破碎所需的力表征的。对于给定的压缩力，高的片剂或层强度表示当颗粒压缩时颗粒高度粘结在一起，因此发生较强的粘合作用。评价片剂或层强度(还称为直径断裂应力)的方法描述见 H.A. Lieberman 等人编辑、于 1989 年出版的 Pharmaceutical dosage forms : tablets， volume 1。粘合作用的测定是：将不含具有粘合作用的化合物的原始基质粉末的片剂或层强度与包含 97 份原始基质粉末和 3 份具有粘合作用的化合物的粉末混合物的片剂或层强度进行比较。具有粘合作用的化合物优选以实质上不含水的形式(水分含量低于 10% (优选低于 5%))加到基体中。加入温度为 10 至 80°C 之间，更优选为 10 至 40°C 温度之间。当在 3000 牛顿的给定压力下、含有 50 克洗涤剂颗粒材料并且直径为 55 毫米的片剂由于在基质颗粒材料中存在 3% 具有粘合作用的化合物而使其片剂拉伸强度增强 30% 以上(优选 60%、更优选 100%)时，该化合物就定义为对按照本发明的颗粒材料具有粘合作用。具有粘合作用的化合物的一个实例是二异烷基苯磺酸钠。

适用于本发明组合物的另一优选成分是一种或多种酶。适宜的酶包括选自下列的酶：过氧化物酶、蛋白酶、葡萄糖淀粉酶、淀粉酶、木聚糖酶、纤维素酶、脂肪酶、磷脂酶、酯酶、角质酶、果胶酶、角蛋白酶、还原酶、氧化酶、酚氧化酶、脂肪氧合酶、木质酶、支链淀粉酶、鞣酸酶、戊聚糖酶、malanases、ß-葡聚糖酶、阿拉伯糖苷酶、透明质酸酶、软骨素酶、葡聚糖酶、转移酶、漆酶、甘露聚糖酶、木葡聚糖酶，或其混合物。洗涤剂组合物一般包含一种惯常适用酶例如蛋白酶、淀粉酶、纤维素酶、脂肪酶的混合物。酶通常以占组合物重量为 0.0001% 至 2%，优选 0.001% 至 0.2%，更优选 0.005% 至 0.1% 的纯酶含量掺入洗涤剂组合物中。上述酶可得自任意合适的来源，例如植物、动物、细菌、真菌和酵母来源。来源还可以是嗜中介态菌或嗜极端条件菌(嗜冷菌、畏冷菌(psychrotrophic)、嗜热菌、嗜压菌、嗜碱

菌、嗜酸菌、嗜盐菌等)。可使用纯化或未纯化形式的这些酶。现在，惯例是通过蛋白/基因工程技术来改性野生型酶以优化其在本发明洗涤剂组合物中的性能效率。例如，可设计变异体，使得能提高该酶与这类组合物的常用成分的兼容性。或者，可设计变异体，使得能调整该酶变异体的最佳 pH、漂白剂或螯合剂稳定性、催化活性等以适合特定的清洁应用。至于酶在液体洗涤剂中的稳定性，应当把注意力集中在对氧化敏感的氨基酸上(就漂白剂稳定性来说)以及表面电荷上(就表面活性剂兼容性来说)。可通过取代某些带电荷的氨基酸来改变这类酶的等电点。还可以通过产生例如附加的盐桥和加强金属结合位点来提高螯合剂稳定性，从而进一步增强酶的稳定性。此外，可对酶进行化学改性或酶催化改性，例如 PEG 化、交联和/或可将其固定，即可应用附着到载体上的酶。要掺入到洗涤剂组合物中的酶可以是任何适宜的形式，例如液体、囊化物、小球、颗粒，或者按照业内成熟技术的任何其它形式。

本发明的组合物优选包含助洗剂。本文所用的适宜水溶性助洗剂化合物包括水溶性单体的多元羧酸盐或其酸形式、均聚或共聚的多元羧酸或其盐，其中多元羧酸包含至少两个彼此分隔不超过 2 个碳原子的羧基、碳酸盐、碳酸氢盐、硼酸盐、磷酸盐，及其混合物。羧酸盐或多元羧酸盐类助洗剂可以是单体或低聚类型的，尽管单体形式的多元羧酸盐一般是优选的。含有一个羧基的适宜羧酸盐包括水溶性乳酸盐、乙醇酸盐及其醚衍生物。包含两个羧基的多元羧酸盐包括下列物质的水溶性盐：琥珀酸、丙二酸、(亚乙二氧基)二乙酸、马来酸、二甘醇酸、酒石酸、丙醇二酸和富马酸，以及醚羧酸盐和亚磺酰基羧酸盐。包含三个羧基的多元羧酸盐尤其包括水溶性柠檬酸盐、乌头酸盐和柠康酸盐以及琥珀酸盐衍生物，如 GB-A-1,379,241 中描述的羧基甲基氧基琥珀酸盐、GB-A-1,389,732 中描述的乳酰氧基琥珀酸盐、NL-A-7205873 中描述的氨基琥珀酸盐、GB-A-1,387,447 中描述的氧基多元羧酸盐物质。适用于本发明的包含 4 个羧基的多元羧酸盐包括 GB-A-1,261,829 中公开的那些。包含磺基取代基的多元羧酸盐包括 GB-A-1,398,421、GB-A-1,398,422 和 US-A-3,936,448 中公开的磺基琥珀酸盐衍生物，以及 GB-A-1,439,000 中描述的磺化的热解的柠檬酸盐。脂环族和杂环多元羧酸盐包括环戊烷-顺式,顺式,顺式-四羧酸盐、2,5-四氢呋

喃--顺式-二羧酸盐、2,2,5,5-四氢呋喃-四羧酸盐、1,2,3,4,5,6-己烷-六羧酸盐以及多元醇如山梨醇、甘露糖醇和木糖醇的羧甲基衍生物。芳族多元羧酸盐包括 GB-A-1,425,343 中公开的苯六羧酸、均苯四酸和邻苯二甲酸衍生物。优选的多元羧酸盐是每分子包含可多达 3 个羧基的羟基羧酸盐，尤其是柠檬酸盐。单体的或低聚的多元羧酸盐螯合剂的母体酸或其与其盐的混合物，如柠檬酸或柠檬酸盐/柠檬酸混合物也可考虑用作助洗剂。碳酸盐助洗剂的实例是碱土金属和碱金属碳酸盐，包括碳酸钠和倍半碳酸钠及其与超细碳酸钙的混合物，例如 DE-A-2,321,001 中所公开的。适用于本发明的部分水溶性助洗剂化合物包括如 EP-A-164,514 和 EP-A-293,640 中公开的结晶层状硅酸盐。优选的结晶层状硅酸钠具有下面的通式：

$$NaMSi_xO_{2+1}\cdot yH_2O$$

式中 M 是钠或氢，x 是 1.9 至 4 的数，y 是 0 至 20 的数。这类结晶层状硅酸钠优选具有二维片状结构，例如 EP-A-164,514 和 EP-A-293,640 中描述的所谓的δ-层结构。这类结晶层状硅酸盐的制备方法公开于 DE-A-3,417,649 和 DE-A-3,742,043 中。更优选的结晶层状硅酸钠化合物具有式δ-$Na_2Si_2O_5$ 的结构，称为 NaSKS-6™，可得自 Hoeschst AG。

适用于本发明的基本水不溶性助洗剂包括硅铝酸钠。合适的硅铝酸盐包括具有式 $Na_z[(AlO_2)_z(SiO_2)y].xH_2O$ 晶胞单元的硅铝酸盐沸石，式中 z 和 y 至少为 6，z 与 y 的摩尔比为 1 至 0.5，x 为至少 5、优选为 7.5 至 276、更优选为 10 至 264。硅铝酸盐材料是水合形式的并且优选为结晶，含有 10%至 28%，更优选 10% 至 22% 的结合形式的水。硅铝酸盐沸石可以是天然存在的物质，但是优选合成所得的。合成的结晶硅铝酸盐离子交换物质可以以 Zeolite A、Zeolite B、Zeolite P、Zeolite X 和 Zeolite HS 的名称得到。优选的硅铝酸盐沸石是胶态硅铝酸盐沸石。当用作洗涤剂组合物的组分时，胶态硅铝酸盐沸石，尤其是胶态 Zeolite A 提供了增强的助洗效能，尤其表现在改善去污性能、减轻织物结垢和改善织物白度维持方面。胶态 Zeolite A 与胶态 Zeolite Y 的混合物也适于在本发明中提供优异的钙离子和镁离子螯合性能。

本发明可使用织物柔软剂。任何适宜的柔软剂均可用于本发明，但

优选的是季铵剂和/或粘土软化体系。

本发明使用的术语“季铵剂”是指具有一个季氮原子并具有一个或多个，优选两个，包含 6 个或 6 个以上碳原子的基团的化合物或化合物的混合物。用于本发明的季铵剂优选选自具有一个季氮原子，并且该季氮原子有两个各自包含 10 个或 10 个以上，优选 12 个或 12 个以上碳原子的基团取代的那些物质。适用于本发明组合物的季铵化合物的优选实例是氯化 N,N-二(canolyl-氧基-乙基)-N,N-二甲基铵、甲基硫酸 N,N-二(canolyl-氧基-乙基)-N-甲基-N-(2-羟乙基)铵、氯化 N,N-二(canolyl-氧基-乙基)-N-甲基-N-(2-羟乙基)铵及其混合物。尤其优选用于本发明的是甲基硫酸 N,N-二(canolyl-氧基-乙基)-N-甲基-N-(2-羟乙基)铵。虽然衍生自“canolyl”脂肪酰基的季铵化合物是优选的，但季铵化合物的其它适宜的实例衍生自脂肪酰基，其中上述实例中的术语“canolyl”用术语“牛脂基、椰油基、棕榈油基(palmyl)、月桂基、油烯基、蓖麻油基、硬脂基、棕榈基”代替，这些对应于衍生出脂肪酰基单元的甘油三酸酯源。这些替代脂肪酰基源可包含完全饱和的或者优选至少部分不饱和的链。

可以使用任何适宜的粘土软化体系，但优选的是包含粘土矿物化合物和任选的粘土絮凝剂的粘土软化体系。如果存在，本发明的成形组合物优选包含占组合物总重量 0.001% 至 10% 的粘土软化体系。该粘土无机化合物优选一种绿土类粘土化合物。绿土类粘土公开于 US-A-3,862,058、US-A-3,948,790、US-A-3,954,632 和 US-A-4,062,647 中。另外 EP-A-299,575 和 EP-A-313,146 描述了适宜的有机聚合物粘土絮凝剂。

本发明组合物可包含螯合剂/重金属离子多价螯合剂。所谓重金属离子多价螯合剂，在本发明中是指用于多价螯合（螯合）重金属离子的组分。这些组分也可具有钙和镁螯合能力，但优先对结合重金属离子如铁、锰和铜表现出选择性。重金属离子多价螯合剂以占组合物重量的 0.005% 至 20%、优选 0.1% 至 10%、更优选 0.25% 至 7.5%、最优选 0.5% 至 5% 的量使用。用于本发明的适宜的重金属离子多价螯合剂包括有机膦酸盐，例如氨基亚烷基聚(亚烷基膦酸盐)、碱金属乙烷 1-羟基二膦酸盐和次氮基三亚甲基膦酸盐。上述种类中优选的是二亚乙基三胺五(亚甲基膦酸盐)、乙二胺三(亚甲基膦酸盐)、六亚甲基二

胺四(亚甲基膦酸盐)和羟基-亚乙基-1,1-二膦酸盐。其它适用于本发明的重金属离子多价螯合剂包括次氮基三乙酸和多氨基羧酸，如乙二胺四乙酸、亚乙基三胺五乙酸、乙二胺二琥珀酸、乙二胺二戊二酸、2-羟基丙二胺二琥珀酸或其任意盐。尤其优选的是乙二胺-N,N'-二琥珀酸(EDDS)或者其碱金属盐、碱土金属盐、铵盐或有取代铵盐，或其混合物。优选的 EDDS 化合物是游离酸形式和其钠盐、镁盐或其配合物。

本发明组合物可包含一种泡沫抑制体系。适用于本发明的泡沫抑制体系可包括基本上所有已知的消泡剂化合物，包括如硅氧烷消泡化合物、2-烷基和 alcanol 消泡化合物。优选的泡沫抑制体系和消泡化合物公开于 WO-A-93/08876 和 EP-A-705 324 中。

本发明组合物可包含固色剂（定色剂）。这些是公知的市售物质，它们旨在通过使洗涤造成的织物染料损失最小化来改善染色织物的外观。许多固色剂是阳离子的，并且是以季铵化氮化合物为基础的或者是以具有强阳离子电荷的氮化合物为基础的，所述强阳离子电荷在使用条件下就地形成。阳离子固色剂可以以不同的商品名称购自数家供应商。代表性的商品名称包括由 Crosfield 公司的 CROSCOLOR PMF 和 CROSCOLOR NOFF、Sandoz 公司的 INDOSOL E-50、Sandoz 公司的 SANDOFIX TPS、Sandoz 公司的 SANDOFIX SWE、CHT-Beitlich GmbH 的 REWIN SRF、REWIN SRF-O 和 REWIN DWE、Ciba-Geigy 公司的 Tinofix ECO、Tinofix FRD 和 Solfin。

其它阳离子固色剂描述于“Aftertreatments for Improving the Fastness of Dyes on Textile Fibres”，Christopher C. Cook，*Rev. Prog. Coloration, Vol.* XII (1982)中。适用于本发明组合物的固色剂包括铵盐化合物，如脂肪酸-二胺缩合物，特别是二胺酯的盐酸盐、乙酸盐、硫酸一甲酯盐和苄基盐酸盐。非限制性实例包括油基二乙基氨基乙基酰胺、硫酸一甲酯油基甲基二乙二胺、硫酸一甲酯一硬脂基亚乙基二氨-三甲基胺。此外包括叔胺的 N-氧化物、聚合物烷基二胺的衍生物、聚胺氯化氰尿缩合物、胺化甘油二氯醇，及其混合物。

适用于本发明的其它种类的固色剂是纤维素活性固色剂。为了包括一种“固色剂体系”，纤维素活性固色剂可适当地与一种或多种上述固色剂结合使用。本发明中，术语“纤维素活性固色剂”定义为在就地或由配制者进行加热或热处理时能与纤维素纤维反应的固色剂。纤

维素活性固色剂详细描述于 WO-A-00/15745 中。

本发明组合物可包含聚合物染料转移抑制剂。如果存在的话，本发明的成型的组合物优选包含占总组合物重量 0.01%至 10%、优选 0.05%至 0.5%的聚合物染料转移抑制剂。聚合物染料转移抑制剂优选选自聚胺 N-氧化物聚合物、N-乙烯基吡咯烷酮和 N-乙烯基咪唑的共聚物、聚乙烯基吡咯烷酮聚合物或其组合。

本发明组合物可包含减轻织物磨损的聚合物。任何适宜的减轻织物磨损的聚合物均可用于本发明。适宜聚合物的一些实例描述于 WO-A-00/15745 中。

本发明组合物可包含减皱剂。任何适宜的减皱剂均可用于本发明。适宜减皱剂的一些实例描述于 WO-A-99/55953 中。

可存在的另一种成分是漂白剂体系，如过碳酸盐尤其是钠盐，和/或有机过氧酸漂白剂前体，和/或过渡金属漂白催化剂尤其包含 Mn 或 Fe 的那些漂白剂。已经发现，当囊或隔室由包含游离羟基的物质如 PVA 形成时，优选的漂白剂包括过碳酸盐并且优选不含有任何过硼酸盐或硼酸盐。已经发现硼酸盐和过硼酸盐与这些含羟基物质相互作用并且降低其溶解度，还导致性能降低。无机过水合物是一种优选的过氧化物源。无机过水合物盐的实例包括过碳酸盐、过磷酸盐、过硫酸盐和过硅酸盐。无机过水合物盐通常是碱金属盐。碱金属过碳酸盐，尤其过碳酸钠是本发明优选的过水合物。本发明的组合物优选包含一种过氧酸或其前体（漂白活化剂），优选包含一种有机过氧酸漂白剂前体。优选的是组合物包含至少两种过氧酸漂白剂前体，优选至少一种疏水性过氧酸漂白剂前体和至少一种亲水性过氧酸漂白剂前体，如本发明所定义。然后通过该前体与过氧化氢源的就地反应产生有机过氧酸。疏水性过氧酸漂白剂前体优选包含一种具有一个氧-苯磺酸基的化合物，优选如本发明所述的 NOBS、DOBS、LOBS 和/或 NACA-OBS。亲水性过氧酸漂白剂前体优选包括 TAED。有酰胺取代的烷基过氧酸前体化合物可用于本发明。适宜的有酰胺取代的漂白活化剂化合物描述于 EP-A-0170386 中。

组合物可包含一种预先形成的有机过氧酸。一类优选的有机过氧酸化合物描述于 EP-A-170,386 中。其它有机过氧酸包括二酰基和四酰基过氧化物，特别是二过氧十二烷二酸、二过氧十四烷二酸和二过氧十

六烷二酸。一和二过壬二酸、一和二过十三烷二酸和 N-邻苯二甲酰氨基过氧己酸也适用于本发明。

可加到本发明组合物中的其它成分包括荧光增白剂、有机聚合物、碱金属硅酸盐、着色剂和石灰皂分散剂。

本发明的组合物不优选配制得具有过高 pH 值。本发明的组合物的 pH 优选以其 1% 的蒸馏水溶液测定时为 7.0 至 12.5、更优选为 7.5 至 11.8、最优选为 8.0 至 11.5。

分离方法

本发明包括由压缩微粒制成的组合物的两相或多相的分离方法。所述方法包括以下步骤:

(a) 使压缩的组合物碎裂为颗粒，和

(b) 根据其密度分离各相。

压缩的组合物可以通过任何适宜的方法粉碎。组合物优选使用一对具有内置刀具的圆柱式转筒进行破碎(这些装置的实例是 Telschig 剪切机和 Opbouw Messen's Cru-cut® 剪切机)。之后将组合物传送到常规的旋转筛上以便分离塑料流动包装，然后传送到块料破碎机(例如，Kemutec K1350 筛分机®)中，以进一步破碎未被剪切机破碎的最后的片剂碎片。

微粒化后，可通过任何适宜的方法分离组合物各相(每相具有不同的密度)。优选地，将颗粒加到气体分类装置如 RSG ACS 旋风分离器或者 Azo 开发的气体筛分分离组合系统中。

一旦各相分离，便可将它们送入其各自的预混物中并再压缩。

实施例

使用下列程序制备一种组合物:

第一相:

	重量%，基于组合物总重量
阴离子附聚物 1	7.1
阴离子附聚物 2	17.5
非离子附聚物	9.1
阳离子附聚物	4.6
层状硅酸盐	9.7

过碳酸钠	12.2
漂白活化剂附聚物	6.1
碳酸钠	7.27
EDDS/硫酸盐颗粒	0.5
羟基乙烷二膦酸四钠盐	0.6
去污聚合物	0.3
荧光剂	0.2
酞菁磺酸锌包囊物	0.03
皂粉	1.2
抑泡剂	2.8
柠檬酸	4.5
蛋白酶	1
脂肪酶	0.35
纤维素酶	0.2
淀粉酶	1.1
喷雾于体系的粘结剂	3.05
喷雾香料	0.1
DIBS (二异丁基苯磺酸钠)	2.1

阴离子附聚物 1 包含 40% 阴离子表面活性剂、27% 沸石和 33% 碳酸盐。

阴离子附聚物 2 包含 40% 阴离子表面活性剂、28% 沸石和 32% 碳酸盐。

非离子附聚物包含 26% 非离子表面活性剂、6% Lutensit K-HD 96（出自 BASF）、40% 无水乙酸钠、20% 碳酸盐和 8% 沸石。

阳离子附聚物包含 20% 阳离子表面活性剂、56% 沸石和 24% 硫酸盐。

层状硅酸盐包含 95% SKS 6 和 5% 硅酸盐。

漂白活化剂附聚物包含 81% 四乙酰基乙二胺(TAED)、17% 丙烯酸/马来酸共聚物(酸型)和 2% 水。

EDDS/硫酸盐颗粒包含 58%乙二胺-N,N-二琥珀酸钠盐、23% 硫酸盐和 19%水。

酞菁磺酸锌包囊物是10%有效成分的。

抑泡剂包含11.5% 硅油(出自 Dow Corning)、59% 沸石和29.5% H_2O。

喷雾于体系的粘结剂包含0.5份 Lutensit K-HD 96和2.5份聚乙二醇(PEG)。

第二相:

	重量%,基于组合物总重量
柔软剂和香料珠粒	8.4

香料珠粒组合物包含56% expancel 091DE80、7% 二氧化硅、8% 香料、5% 交联聚乙烯醇(PVA)-硼酸盐、5% 水、18% 阳离子柔软剂硫酸一甲酯 N,N-二(candyl-氧-乙基)-N-甲基-N-(2-羟乙基) 铵和 1%的洗衣兼容的 Zeneca Monastral 蓝。

制造:

第一相的制造:

第一相的洗涤剂活性组合物的制备如下:在混合罐中将颗粒组分混合 5 分钟,形成均匀的颗粒混合物。在该混合期间,借助喷嘴和热空气流使用上述粘结剂组合物进行喷雾。平均粒径为560微米。

第2相的制造:

使用具有标准搅拌器的 Braun 食品加工机,向其中加入上述干燥混合物,制造第二相的珠粒。将搅拌器高速运转 1 分钟并将该混合物倾入 Fuji Paudal Dome Gran DGL1(日本)挤出机中,该挤出机在挤出端板中具有直径为3 毫米的孔并以每分钟70转的速度运转。将所得产物加入 Fuji Paudal Marumerizer QJ-230 中,将该机器以每分钟1000转的速度运转5分钟,获得良好的球化作用。

在下一步骤中,用所述部分不溶性包衣剂涂敷珠粒。涂敷如下:在常规混合罐中,在70°C温度下,使用喷雾嘴和热风,用4%(基于珠粒的重量)由 80% 交联聚乙烯醇-硼酸盐和 20% 水组成的混合物喷涂珠粒。然后将珠粒置于转筒混合机混合60分钟并射入热风,以蒸发 PVA 包衣中含有的部分水份。在上面的珠粒组成中提及了珠粒中的最终含水量。

片剂的制造:

使用 Instron 4400 试验机和手工片剂制造用标准模头制备多相片剂组合物。将 35 克第一相的洗涤剂活性组合物送入比例为 2.5 毫米的具有圆形边缘的 41x41 毫米的模头中。该混合物使用冲头以 1,500 牛顿的力压缩，该冲头有能在该片剂中形成一个 25 mm 直径和 10 mm 深度的凹形模型的适当形状。小心地取出成形冲头，使片剂留在该模头中。将要形成第二相的 4 克珠粒导入留在第一片剂形状中的模型中并使用平面的普通冲头最后施加 1,700 牛顿的压力，以制造多相片剂。然后手工将片剂从模头中弹出。

在下一步中，将用上述方法制得的片剂手工浸入 170°C 熔融的包衣剂混合物中，然后令其冷却到室温，使包衣硬化进行包衣。包衣剂的组成和百分比描述于上面片剂的组合物中。

通过 Opbouw Messen 剪切机加工相当于 1 千克流动包装片剂的物料，然后将其转移到具有 10 毫米 x 10 毫米开孔的柱式旋转筛上，以从粉碎的片剂中分离塑料流动包装。流动包装分离后，将该混合物转移到 Kemutec K1350 块料破碎机中，以将片剂剩余碎片转化为粉末。

为根据它们的密度将颗粒分类，制备用 10 厘米直径的透明塑料柱制成的实验室规模装置。将该柱在其顶部与一个标准的真空吸尘器相连，并且在柱每侧有一个 50 微米开孔的筛。通过真空吸尘器自身的控制器件控制气流，以使具有较轻密度的颗粒回复到柱的顶部，并使较致密的颗粒回复到柱的底部的方式建立该系统。

通过使用 Helium Pycnometer 然后使用 ASTM 方法 D4892-89 分析各个颗粒级分，较致密颗粒的密度为 1640 克/升，较轻级分的密度为 1512 克/升。

然后将这两个级分以 10% 重量(在各相中)的含量重新混合到原始粉末流中，并按照上面所示的相同程序制备新的组合物。