

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第4786092号
(P4786092)

(45) 発行日 平成23年10月5日 (2011. 10. 5)

(24) 登録日 平成23年7月22日 (2011. 7. 22)

(51) Int. Cl. F I
C 1 1 D 11/00 (2006. 01) C 1 1 D 11/00
C 1 1 D 17/06 (2006. 01) C 1 1 D 17/06

請求項の数 3 (全 17 頁)

(21) 出願番号	特願2001-505658 (P2001-505658)	(73) 特許権者	590005058
(86) (22) 出願日	平成12年6月20日 (2000. 6. 20)		ザ プロクター アンド ギャンブル カ
(65) 公表番号	特表2003-503548 (P2003-503548A)		ンパニー
(43) 公表日	平成15年1月28日 (2003. 1. 28)		アメリカ合衆国オハイオ州, シンシナティ
(86) 国際出願番号	PCT/US2000/016917		ー, ワン プロクター アンド ギャンブ
(87) 国際公開番号	W02000/078913		ル ブラザ (番地なし)
(87) 国際公開日	平成12年12月28日 (2000. 12. 28)	(74) 代理人	100075812
審査請求日	平成19年5月22日 (2007. 5. 22)		弁理士 吉武 賢次
(31) 優先権主張番号	60/140, 160	(74) 代理人	100091487
(32) 優先日	平成11年6月21日 (1999. 6. 21)		弁理士 中村 行孝
(33) 優先権主張国	米国 (US)	(74) 代理人	100094640
			弁理士 紺野 昭男
		(74) 代理人	100107342
			弁理士 横田 修孝

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 顆粒洗剤組成物の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

顆粒洗剤組成物を製造する方法において、

噴霧乾燥顆粒と界面活性剤ペーストを混合するにあたり、前記噴霧乾燥顆粒は陰イオン性界面活性剤、非イオン性界面活性剤およびこれらの混合物からなる群から選ばれたものからなり、および、乾燥凝集体、湿潤凝集体および洗剤補助成分からなる群より選択される少なくとも1種を、少なくとも一つの中速ミキサーであって、複数のゾーンを有し、かつ、 $0.1\text{ m/s} \sim 30\text{ m/s}$ の先端速度を有する前記中速ミキサー中において、平均滞留時間が $30 \sim 1800$ 秒の条件で混合し、

結晶性アルミノケイ酸ナトリウムを前記中速ミキサーの最後のゾーンに加えて粒状物を形成し、さらに

少なくとも一つのコンディショニング装置において前記粒状物をコンディショニングして、バルク密度が $400 \sim 850\text{ g/l}$ 、真円度が30未満、アスペクト比が2未満の粒子であって、幾何標準偏差が1～2であり $500\text{ }\mu\text{m} \sim 1500\text{ }\mu\text{m}$ の幾何平均粒径を有する粒子を少なくとも50重量%含む顆粒洗剤組成物を得る、ことからなることを特徴とする、顆粒洗剤組成物を製造する方法。

【請求項 2】

前記コンディショニング装置が、少なくとも一つの流動床造粒機を含む、請求項1に記載の方法。

【請求項 3】

10

20

前記ミキサーにおける乾燥凝集体対噴霧乾燥顆粒の比率が $5 : 95 \sim 95 : 5$ である、請求項 1 に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【技術分野】

本発明は、特に低温洗濯液（すなわち、約 30℃未満）で優れた溶解性と、優れた流動性、美観または外観および破碎性を有する、改善された顆粒洗剤組成物を製造する方法に関する。

【0002】

【背景技術】

最近、洗剤業界において、液体洗濯洗剤製品の便利さ、美観および溶解性を有しつつ、顆粒洗剤製品のクリーニング性能とコストを維持する洗濯洗剤にかなり注目が集まっている。しかしながら、これまでの顆粒洗剤組成物で、美観、溶解性および使用者にとっての便利さを得るのは難しい。洗浄液中で対抗する液体洗濯洗剤と同様には溶解しない「コンパクト」または低用量顆粒洗剤製品の出現によりさらに難しくなっている。これらの低用量顆粒洗剤は資源を護り、使用前は消費者にとってより便利な小さなパッケージで販売することから、現在需要が高い。しかし、箱から「すくって」、洗浄液に投入されるのに対してボトルから直接注ぐだけでよい液体洗濯洗剤に比べて、洗濯機に投入するのにあまり便利でない。

【0003】

上述したように、かかる低用量または「コンパクト」洗剤製品は、残念なことに、特に低温洗濯液（すなわち、約 30℃未満）において溶解に問題がある。より具体的に述べると、溶解が不十分であると、「塊」が形成されて、通常の洗浄サイクル後に洗濯機や洗濯済み衣類に白色の固体塊として残る。これらの「塊」は、低温洗浄条件下および／または洗濯洗剤を最初に、衣類を次に、水を最後の順（「添加の逆順」または「ROOA」と一般的に知られている）で洗濯機に加えるときに特によく見られる。かかる望ましくない「塊」はまた、消費者が、衣類、洗剤そして水の順に洗濯機に入れた場合にも形成される。同様に、この凝集現象により、投入引出し装置を備えた洗濯機やグラニュレットのようなその他の投入装置において洗剤を投入するのが不完全となり得る。この場合、投入装置に溶解していない洗剤が残り望ましくない結果となる。

【0004】

上述した溶解の問題の原因は、望ましくない「塊」を形成する、界面活性剤を含む粒子間での「ゲル状」物質の「架橋」に関連していることが分かっている。「塊」となる粒子の望ましくない「架橋」に関係するゲル状物質は、水性洗濯液における界面活性剤の部分溶解に起因している。部分溶解により、粘性の界面活性剤相またはペーストが形成されて、他の界面活性剤含有粒子を結合または「架橋」して「塊」ができる。この望ましくない溶解現象は、「塊ゲル」形成と一般的に呼ばれている。粘性界面活性剤の「架橋」の影響に加えて、無機塩には水和する傾向があり、水和により結合された粒子が同様に「架橋」してしまう。特に、無機塩は互いに水和して、かご構造を作る。これは、溶解しにくく、洗浄サイクル後、「塊」として最終的に残ってしまう。従って、上述したような溶解の問題がなく、改善されたクリーニング性能が得られる洗剤組成物が望まれている。

【0005】

従来技術には、顆粒洗剤組成物に関連した溶解の問題に取り組んだ開示が数多くある。例えば、ある従来技術によれば、洗浄サイクル中、水和塩の「架橋」により塊を生じさせる無機塩の使用および取扱いを制限することが提案されている。溶解の問題を最小限にするために、特定の比率の選ばれた無機塩を使用することが示唆されている。しかしながら、かかる溶液は、大規模な洗剤製品の現在の商業化に必要なとされる処方やプロセスの柔軟性を制限してしまう。様々な他の機構が従来技術により提案されている。これらはすべて処方を変更するものであるため、処方の柔軟性が減ってしまう。従って、処方の柔軟性を大幅に損なうことなく、改善された溶解性を有する洗剤組成物を製造するプロセスが望まれ

10

20

30

40

50

ている。

【0006】

通常、洗剤顆粒や粉末を作成するには主に2つのプロセスがある。一つのプロセスは、水性洗剤スラリーを噴霧乾燥塔内で噴霧乾燥して、極めて多孔性の洗剤顆粒を製造するものである（例えば低密度洗剤組成物のための塔プロセス）。もう一つのプロセスは、非イオン性または陰イオン性界面活性剤のようなバインダーで凝集した後に様々な洗剤成分を乾燥混合して、高密度の洗剤組成物を製造するものである（例えば高密度洗剤組成物のための凝集プロセス）。この2つのプロセスにおいて、得られる洗剤顆粒の密度を左右する重要な因子は、顆粒の形状、多孔性および粒子サイズ分布、様々な洗剤補助成分の密度、様々な洗剤補助成分の形状およびそれぞれの化学組成である。

10

【0007】

最近、「ポストー塔」または噴霧乾燥洗剤顆粒の密度を増大させる連続プロセスを提供するための試みがなされている。かかるプロセスは、顆粒を粉砕または研削する第1の装置と、粉砕された顆粒の密度を凝集により増大させる第2の装置を必要とする。様々な洗剤補助成分から洗剤組成物を凝集および／または噴霧乾燥することを伴うプロセスの開示もまた数多くある。

【0008】

従って、改善された溶解性を示し、消費者にとってより好ましい美観を与え、改善された流動性を有し、改善されたクリーニング性能を示す洗剤組成物を製造するプロセスが業界では尚望まれている。さらに、プロセス条件を調整することにより密度が得られる洗剤組成物を製造するプロセスもまた必要とされている。同様に、（1）最終組成物の最終密度における柔軟性と、（2）数種類の異なる洗剤成分（液体成分のような）をプロセスに組み込むことに関する柔軟性のために、洗剤の大規模製造を促すのにより効率的で、柔軟性のある、経済的なプロセスも必要とされている。本発明の利点や長所のすべてを与えるような既存の技術はない。

20

【0009】

【発明の開示】

本発明は、洗濯液、特に低温（すなわち、約30℃未満）に保たれた溶液において改善された溶解性を有し、消費者にとって好ましい美観があり、改善された流動性を有する洗剤組成物を製造する方法を提供することにより上記の要望を満たすものである。

30

【0010】

本発明の一態様によれば、乾燥凝集体、湿潤凝集体、噴霧乾燥顆粒および洗剤補助成分からなる群より選択される少なくとも2種類の材料を、高速、低速または中速ミキサー、およびかかるミキサーの様々な組み合わせにおいて混合して粒子を形成する工程を含む改善された溶解性、美観および流動性を備えた顆粒洗剤組成物を形成するための方法であって、顆粒洗剤組成物が、幾何標準偏差が約1～約2で約500 μm～約1500 μmの幾何平均粒径を有する粒子を少なくとも約50重量%含むことを特徴とする方法が提供される。

【0011】

本発明のこれらおよびその他の特徴、態様および利点は、以下の説明および添付の請求の範囲によりさらに理解されるであろう。

40

【0012】

【発明を実施するための最良の形態】

本明細書には、本発明を特に指摘し、明白に請求した請求項があるが、本発明は以下の説明により本発明の理解がさらに深まるものと考えられる。

【0013】

本発明の利点は、改善された溶解性を示し、消費者にとってより好ましい美観があり、改善された流動性を有し、改善されたクリーニング性能を示す顆粒洗剤組成物を製造する方法を提供することである。処方柔軟性を大幅に損なうことなく改善された溶解を示す洗剤組成物の製造方法もまた利点の一つである。さらに、プロセス条件を調整することによ

50

り所望の密度が得られるプロセスであって、数種類の異なる洗剤成分をプロセスに組み込むことに関する柔軟性のために、洗剤の大規模製造を促すのにより効率的で、柔軟性のある、経済的なプロセスもまた利点の一つである。

【0014】

定義

本明細書で参照するパーセンテージ、比率および成分のレベルはすべて、特に断りのない限り、組成物の実際の総量に基づいている。

【0015】

本明細書で参照する測定はすべて、特に断りのない限り、25℃で行われている。

【0016】

本明細書で言及した出版物、特許出願および発行された特許はすべてその全体がここに参考文献として組み込まれる。参考文献の引用は、請求された本発明に従来技術として利用可能であることに関する判断を受け入れるものではない。

【0017】

本明細書において、「を含む」とは、最終結果に影響しない他の工程および他の成分を追加できることを意味している。この用語には、「からなる」と「実質的にからなる」という用語が含まれている。

【0018】

本明細書において、「混合物」とは、材料の単純な組み合わせおよび組み合わせた結果として生じる化合物を含むことを意味している。

【0019】

本明細書において、「冷水」とは、30℃未満の温度の水のことを意味している。

【0020】

本明細書において、「密度」または「嵩密度」とは、過剰の粉末試料を、漏斗により平滑な金属容器（体積500mlのシリンダ）に注ぎ、容器の縁の上の重なりから過剰分を掻き落とし、残りの粉末の質量を測定し、その質量を容器の体積で除算することにより測定された圧縮されたり叩かれたりしていない粉末の嵩密度のことを言う。

【0021】

本明細書において、「周囲」とは、周りの温度および湿度として定義される。

【0022】

本明細書において、「粒子」という文言は、全サイズ範囲の最終洗剤製品または成分、または最終洗剤製品または成分混合物中の全サイズ範囲の別個の粒子、凝集体または顆粒のことを意味している。サイズ割合が粒子混合物中の別個の粒子100%を表していない限り、これらの粒子のいずれかのサイズ割合（全サイズ範囲の100%未満を表している）のことを言っているわけではない。混合物中の各種の粒子成分について、その種類の全サイズ範囲の別個の粒子は、粒子が他の粒子と接触しているに依らず、同一または実質的に同様の組成を有している。凝集成分については、凝集体自身が別個の粒子と考えられ、各別個の粒子は、小さい一次粒子およびバインダー組成物の複合体から構成されている。本明細書において、「幾何平均粒径」という言回しは、標準質量基準の粒子サイズ測定技術、好ましくは乾燥篩い分けにより測定された一組の別個の粒子の幾何質量中央値直径のことを意味している。本明細書において、粒子サイズ分布の「幾何標準偏差」または「スパン」という言回しは、上述の粒子サイズデータに対する最適対数-正規関数の幾何幅のことを意味しており、これは、累積分布の第50の百分位数の直径で除算した84.13百分位数の直径の比率（ $D_{84.13}/D_{50}$ ）による。後藤ら、粉末技術ハンドブック、6～11頁、Meral Dekker、1997年を参照のこと。

【0023】

本明細書において、「ビルダー」という言回しは、洗浄力という点で「ビルダー」性能を有する無機材料、具体的には、洗浄液から水の硬さを除去できる有機または無機材料のことを意味する。

【0024】

本明細書において、「平均滞留時間」とは、以下に定義される通りである。

滞留時間 (h r) = 質量 (k g) / 流量 (k g / h r)

【0025】

プロセス

本発明は、幾何標準偏差が約1～約2で、幾何平均粒径が約500 μm～約1500 μmの粒子を少なくとも約50重量%有する顆粒洗剤組成物を生成する方法に係る。

【0026】

本発明は、乾燥凝集体、湿潤凝集体、噴霧乾燥顆粒および洗剤補助成分からなる群より選択される少なくとも2種類の材料を混合して粒子を形成する工程を含む顆粒洗剤組成物を製造する方法であって、顆粒洗剤組成物が、幾何標準偏差が約1～約2で約500 μm～約1500 μmの幾何平均粒径を有する粒子を少なくとも約50重量%含むことを特徴とする方法に係る。

10

【0027】

乾燥凝集体、湿潤凝集体、噴霧乾燥顆粒および洗剤補助成分の群より選択される少なくとも2種類の材料を少なくとも1台のミキサーに加える。コンディショニング装置を用いるプロセスにおいては、再生された生成粒子を任意でミキサーに加えることもできる。

【0028】

湿潤凝集体としては、後述するような洗剤補助成分を界面活性剤やその前駆体のような液体バインダー材料と少なくとも1台のミキサーにおいて混合して、洗剤材料の顆粒を形成する造粒タイプのプロセスにより製造された粒子が含まれる。これらの粒子は、乾燥するまでは、「湿潤凝集体」として、そして、乾燥段階および任意で、サイジング、研削および冷却のようなその他のコンディショニング段階から出たら「乾燥凝集体」として知られている。バインダーとしては、陰イオン性界面活性剤およびその前駆体、非イオン性界面活性剤、陽イオン性界面活性剤、ポリエチレングリコール、ポリビニルピロリドン、ポリアクリレート、クエン酸およびこれらの混合物が挙げられるがこれらに限られるものではない。

20

【0029】

噴霧乾燥顆粒としては、洗剤材料のスラリーを調製し、ガスの上方向への流れに対して下方へ噴霧して粒子を乾燥する従来の噴霧乾燥技術により製造される粒子が含まれる。乾燥した自由に流れる材料がこのプロセスにより作成される。例えば、スラリーを塔に通過させて、約175℃～約450℃の温度で空気の流れへこのスラリーを噴霧し、洗剤スラリーを乾燥して、洗剤粒子を形成する。これらの粒子の得られる密度は約200～約650 g / lである。

30

【0030】

洗剤補助成分としては、カーボネート、ホスフェート、サルフェート、ゼオライト等が挙げられるがこれらに限られるものではない。洗剤補助成分として用いることのできる洗剤成分の一覧の詳細は後述してある。従来から公知のその他の成分も当然含まれる。

【0031】

一実施形態において、ミキサーには乾燥凝集体、湿潤凝集体、噴霧乾燥顆粒および洗剤補助成分からなる群より選択される2種類の材料が、約5：95～約95：5、より好ましくは約10：90～約90：10、さらに好ましくは約30：70～70：30の比率で含まれる。

40

【0032】

この群より選択される少なくとも2種類の材料を凝集のために少なくとも1台のミキサーに供給する。本発明の一実施形態において、少なくとも2種類の材料を少なくとも1台のミキサーでの凝集の前に少なくとも1台のプレミキサー（例えば、二軸押出し機やその他同様のミキサーをはじめとする従来のスクリュウ押出し機）に供給して、その後、混合した材料をここに記載した最初のミキサーに供給することができる。

【0033】

顆粒洗剤組成物において少なくとも約50重量%の粒子について所望の幾何平均粒径を得

50

るために、凝集工程は、最初少なくとも1台の高速ミキサー、中速ミキサー、低速ミキサーおよびこれらミキサーの組み合わせで実施することができる。さらに、一実施形態において、同種のミキサーを列でつなげて用いたり、その他の種類のミキサーと組み合わせたり、これを列でつなげることもできる。あるいは、例えば、スループットに適應させるために、2台以上のミキサーを列でつなげて、および／または並べて使うことができる。

【0034】

例えば、本発明の方法の一実施形態は、少なくとも1台の高速ミキサー、次に少なくとも1台の中速ミキサーで混合し、任意で流動床造粒機においてコンディショニング工程を行うものである。他の例においては、混合を少なくとも1台の高速ミキサーで実施し、次に少なくとも1台の中速ミキサー、次に少なくとも1台の高速ミキサー、次に少なくとも1台の流動床造粒機のようなコンディショニング装置においてコンディショニング工程を行う。さらに他の例において、混合物を高速ミキサーに供給し、流動床造粒機においてコンディショニングを行う。あるいは、同混合物をコンディショニングの前に中速ミキサーにおいて初期混合後、高速ミキサーにおいて混合する。これらは、本発明の方法のミキサー、プレミキサーおよび／またはコンディショニング装置の可能な変形例のわずかの例に過ぎない。詳細な例については後述してある。

【0035】

混合物の滞留時間はミキサーの種類および操作パラメータに応じて異なる。好ましい高速ミキサーについては、平均滞留時間は約0.1～60秒、好ましくは約0.1～約30秒、さらに好ましくは0.1～約15秒である。高速ミキサーのその他の好ましい条件は、約3～90m/sの先端速度、より好ましくは約10～70m/sの先端速度、および約0.005W/kg～100W/kgの延伸力、より好ましくは約0.05W/kg～80W/kgの延伸力である。チョッパーを用いる場合には、チョッパーをミキサー内部で用いて、約0～5000rpm、より好ましくは約100～3000rpmで望ましくないサイズの大きな粒子を破碎するのが好ましい。好ましくは、壁温度は周囲～約80℃、ミキサー要素と壁の間隙は約0.1cm～25cmである。平均滞留時間が約0.1～約60秒の高速ミキサーとしては、レジゲ社のレジゲリサイクラーCB30TMまたはDrais、Schugli製ミキサーまたは同様の商標のミキサーが挙げられる。

【0036】

好ましい中速ミキサーについては、平均滞留時間は約30～1800秒、より好ましくは約30～約1200秒、より好ましくは約30～約60秒である。中速ミキサーのその他の好ましい条件は、約0.1～30m/sの先端速度、より好ましくは約1～25m/sの先端速度、および約5W/kg～1000W/kgの延伸力、より好ましくは約20W/kg～500W/kgの延伸力である。チョッパーを用いる場合には、チョッパーをミキサー内部で用いて、約0～5000rpm、より好ましくは約100～4000rpmで望ましくないサイズの大きな粒子を破碎するのが好ましい。好ましくは、壁温度は約-20℃～約80℃、ミキサー要素と壁の間隙は約0.1cm～25cmである。平均滞留時間が約30～約1800秒の中速ミキサーとしては、レジゲ社のレジゲリサイクラーKM「Ploughshare」300TMおよび600TMまたはDraisK-T160TMミキサーまたはFukae製ミキサーが挙げられる。レジゲKM「Ploughshare」600TM中速ミキサーが特に好ましいミキサーであり、中心に実装された回転シャフトを有し、その周囲にプラウ形の刃が付いた水平中空静的シリンダーを備えている。シャフトは好ましくは約15rpm～約140rpm、より好ましくは約80rpm～約120rpmの速度で回転する。好ましいミキサーにおいて、研削または粉碎は、回転シャフトより小さなサイズで、好ましくは約3600rpmで操作されるカッターにより行われる。

【0037】

好ましい低速ミキサーについて、平均滞留時間は約30秒～約1800秒、より好ましくは約30秒～約1200秒、さらに好ましくは約30秒～約600秒である。先端速度は約0.1m/s～約10m/s、より好ましくは約0.2m/s～約7m/s、さらに好

10

20

30

40

50

ましくは約 0.2 m/s ～ 約 3.5 m/s である。好ましい低速ミキサーとしては、回転ボウル凝集機、ドラム凝集機、パン凝集機、流動床凝集機および押出し機が例示される。押出し機の一例としては、Werner-Pfleiderer（ドイツ）製多軸押出し機がある。

【0038】

流動床造粒機が特に好ましい。代表的な流動床造粒機は、約 $0.1 \sim 4 \text{ m/s}$ の表面気流速度で、正か負のいずれかの圧力下で操作される。入口空気温度は通常 -10°C または $5^\circ\text{C} \sim 250^\circ\text{C}$ までである。しかしながら、空気温度は 150°C 未満、さらには 100°C または 80°C 未満である。その他の条件を挙げると、(i) 平均滞留時間は約 $30 \sim 20$ 分、(ii) 非流動床は約 $100 \sim 600 \text{ mm}$ の深さ、(iii) 液滴噴霧サイズは粒子サイズの2倍未満、好ましくは約 $100 \mu\text{m}$ 以下、より好ましくは約 $50 \mu\text{m}$ 未満、(iv) 噴霧高さから流動床板までは約 $150 \sim 1600 \text{ mm}$ 、(v) 流動速度は約 $0.1 \sim 4.0 \text{ m/s}$ 、(vi) 床温度は約 $12^\circ\text{C} \sim 200^\circ\text{C}$ 、より好ましくは約 $12^\circ\text{C} \sim 150^\circ\text{C}$ 、さらに好ましくは約 $12^\circ\text{C} \sim 100^\circ\text{C}$ である。流動床造粒機についてのその他の操作条件については、例えば、WO 98/58046 号明細書に記載されている。当業者であれば、流動床の条件は数多くの因子に応じて異なることが分かるであろう。

【0039】

任意で、コンディショニング工程がある。コンディショニング工程は、プロセスのいずれの点であってもよい。例えば、コンディショニング工程を最初のミキサーまたはプレミキサーでの混合の次に行うことができる。列でつなげたミキサーおよび／またはミキサーの組み合わせの場合には、コンディショニング工程は2つのミキサーの間または列の最後のミキサーの後に行うことができる。かかる工程は、粒子の流動特性を改善するなど多くの利点を得るために有用である。粒子のコンディショニングには、粒子の乾燥、冷却、コーティング、研削および篩い分けが挙げられる。このコンディショニング工程は、流動床乾燥機、エアリフト、流動床冷却機、流動床造粒機、バルク熱交換器、グラインダーおよび篩い分け機またはコンディショニング装置の組み合わせ、列でつなげたコンディショニング装置のような業界に公知の装置において実施することができる。

【0040】

流動床乾燥機、流動床冷却機および流動床造粒機の特徴としては、固定または振動、矩形床または丸床および直線または湾曲した装置がある。かかる装置は、装置内の別個の領域である多数の内部「段」または「ゾーン」を有している。これらの装置のプロセス条件は装置の他の段とは異なっても同様であってもよい。かかるコンディショニング装置のメーカーとしては、Wurster AG、Niro、Bepex、Spray Systems および Glatt が挙げられる。例えば、流動床または流動床冷却機／乾燥機／造粒機およびこれらの組み合わせを含めた装置は、必要な場合には、エアリフトを使用して冷却しながら、乾燥に用いることができる。エアリフトは「微」粒子を再生できるように押出すのにも用いることができる。空気とガスの両方を乾燥および／または冷却に用いることができる。

【0041】

流動床造粒機は、コンディショニング工程の装置として特に好ましい。流動床造粒機の好ましい操作条件の詳細は上述した通りであり、かかる条件はまたコンディショニング工程においても好ましい。

【0042】

粒子をコーティングするのに用いることのできる装置（流動床造粒機を含む）としては、Wurster AG（ドイツ）製 Wurster 流動床、Glatt AG（ドイツ）製 Glatt 流動床、Niro Aeromatic 製 Niro 流動床が例示される。粒子を研削するのに用いることのできる装置としては、Stedman Foundry and Machine 社（米国）製 two-cage 碎解機、Jeffrey Mfg. 社（米国）製ハンマー粉碎機が例示される。篩い分け機としては、W. S. Tyler 社（米国）製 Grizzly スクリーン、Mogensen 社（米国）製機械振動スクリ

10

20

30

40

50

ーン、Allis-Chalmers Manufacturing社（米国）製Gyratoryスクリーンが例示される。

【0043】

他の任意のプロセスにおいて、本発明のプロセスはさらに、これらに限られるものではないが、酵素、漂白剤、香料等のような追加の成分の混合および／または噴霧またはパッケージング工程をはじめとする、コンディショニング工程の一部としての仕上げ工程を含む。他の任意の工程は、コーティング剤を加えて、粒子の色を改善し、粒子の「白色度」を増大させたり、粒子がミキサーまたはコンディショニング装置を出た後の粒子の流動性を改善することにより粒子をさらに処理して、本発明により生成される顆粒洗剤組成物を得るものである。さらに他の任意の処理工程としては、ゼオライトやヒュームドシリカのようなコーティング剤をミキサーに連続して加えて、得られる洗剤粒子の自由流動性を促進し、過剰造粒を防ぐものである。

10

【0044】

本明細書に記載した群の少なくとも2つの材料を混合した後に得られる組成物は、幾何標準偏差が約1～約2で約500 μm ～約1500 μm の幾何平均粒径を有する粒子を少なくとも約50重量%含む顆粒洗剤組成物を形成する。

【0045】

コンディショニング工程を本プロセスで用い、微「粒子」がコンディショニング装置を用いた結果として生成されるときは、微粒子をプロセスに戻して再生するのが好ましい。所望の粒子サイズになるまでさらに凝集させるために微粒子をいかにして再生するかについては多くの選択肢がある。微粒子は1台または何台かのミキサーに戻して再生することができる。「微」粒子は、与えられた幾何標準偏差で顆粒洗剤組成物の選ばれた幾何平均粒径よりも小さい、標準偏差約1.65未満の幾何平均粒径を有する粒子として定義される。

20

【0046】

物理特性

本発明のプロセスにより製造される顆粒洗剤組成物は、組成物中のあるレベルの粒子の幾何平均粒径について最良の選択を行うと、所望の溶解度、改善された美観および流動性という利点をもたらすものである。「改善された美観」とは、異なるサイズや組成の粒子を含む以前の顆粒洗剤製品に比べて、より均一な外観の粒子を持った顆粒洗剤製品であると消費者が感じることを意味している。最終洗剤製品の総粒子の少なくとも約50重量%、より好ましくは少なくとも約75重量%、さらに好ましくは約90重量%、最も好ましくは少なくとも約95重量%が選ばれた平均粒子サイズ直径を有している。この方法だと、大部分の顆粒洗剤製品が均一なサイズとなり、消費者にとって望ましい美観を与える。

30

【0047】

粒子の幾何平均粒径は、好ましくは約500 μm ～約1500 μm 、より好ましくは約600 μm ～約1200 μm 、最も好ましくは約600 μm ～約1000 μm である。粒子サイズ分布は、目標サイズ以外の粒子が多すぎないように、比較的狭い幾何標準偏差または「スパン」により定義される。従って、幾何標準偏差は好ましくは約1～約2、より好ましくは約1.0～約1.7、さらに好ましくは約1.0～約1.4、最も好ましくは約1.0～約1.2である。粒子のバルク密度は好ましくは約400 g/l ～約850 g/l 、より好ましくは約550 g/l ～約800 g/l 、さらに好ましくは約600～約750 g/l である。

40

【0048】

理論に拘束されるのは望むところではないが、同じサイズの粒子が洗剤組成物中に多いと、溶解度が向上するものと考えられる。具体的には、粒子のサイズがより均一である結果、洗剤組成物の粒子中の実際の「接点」が減じ、また、顆粒洗剤組成物の「塊ゲル」の溶解が難しいことに関する「架橋の影響」が減じる。異なるサイズの粒子を含む、以前の顆粒洗剤組成物だと粒子間の接点が多くなる。例えば、大きな粒子は、それより小さい多くの粒子と接触して、塊ゲル形成にうってつけの粒子部位となる。本発明の顆粒洗剤組

50

成物における粒子のレベルおよび均一なサイズによってかかる問題が排除される。さらに、粒子は化学的により均質性を有する、すなわち、粒子の品質がより均一であるものと考えられる。

【0049】

粒子の「一部」とは、洗剤組成物の少なくともいくつかの粒子が、洗剤界面活性剤および／または洗剤ビルダーを含んでいて、代表的な洗剤組成物の基本的な構成材となることを意味している。様々な界面活性剤およびビルダー、さらに組成物中における各レベルについては本明細書に規定してある。一般的に、洗剤組成物は約1重量%～約50重量%の洗剤界面活性剤と、約1重量%～約75重量%の洗剤ビルダーとを含む。

【0050】

洗剤粉末の特に重要な属性は色である。色は通常、ハンター色彩計で測定され、3つのパラメータ「L」、「a」および「b」で記録される。粉末洗剤の消費者にとって特に関係あるのは式 $L - 3b$ で求められる粉末の白色度である。通常、白色度値が約60%未満であると不良と考えられる。白色度は、当業者に知られた数多くの手段により改善することができる。例えば、二酸化チタンによるコーティング顆粒である。

【0051】

本発明の顆粒洗剤製品の他の重要な属性は個々の粒子の形状である。形状は、当業者に知られた数多くの異なる方法により測定することができる。かかる方法の一つは、Optimus (V5.0) 画像解析ソフトウェアと共に光学顕微鏡を用いるものである。重要な計算パラメータは、 $(\text{粒子画像の測定外周長さ})^2 / (\text{粒子画像の測定面積})$ で定義される「真円度」である。完全に平滑な球（最低真円度）は12.57である。そして粒子画像の長さ／幅で定義される「アスペクト比」である。

【0052】

これらの属性はそれぞれ重要であり、バルクの顆粒洗剤組成物について平均させることができる。パラメータの積により定義される2つのパラメータの組み合わせも重要である（すなわち、良好な外観を持つ製品を得るためには両者とも制御されなければならない）。好ましくは、本発明のプロセスにより生成される顆粒洗剤組成物の真円度は約50未満、好ましくは約30未満、より好ましくは約23未満、最も好ましくは約18未満である。同様に好ましいのは、アスペクト比が約2未満、好ましくは約1.5未満、より好ましくは約1.3未満、最も好ましくは約1.2未満の顆粒洗剤組成物である。

【0053】

さらに、組成物における粒子内の形状が均一に分布しているのが好ましい。具体的には、本発明の顆粒洗剤組成物の真円度の数分布の標準偏差は約20未満、好ましくは約10未満、より好ましくは約7未満、最も好ましくは約4未満である。そしてアスペクト比の数分布の標準偏差は好ましくは約1未満、より好ましくは約0.5未満、さらに好ましくは約0.3未満、最も好ましくは約0.2未満である。

【0054】

本発明の特に好ましいプロセスにおいて、顆粒洗剤組成物は、真円度とアスペクト比の積が約100未満、好ましくは約50未満、より好ましくは約30未満、最も好ましくは約20未満で生成される。同様に好ましいのは、真円度とアスペクト比の積の数分布の標準偏差が約45未満、好ましくは約20未満、より好ましくは約7未満、最も好ましくは約2未満である。

【0055】

洗剤成分

本明細書に記載した洗剤成分は、本発明のプロセスにおいて洗剤補助成分として用いてもよい。

【0056】

本洗剤組成物の界面活性剤系は、陰イオン性、非イオン性、双性、両性、陽イオン性およびそれらの相容性混合物を含んでいてもよい。洗剤界面活性剤については、ここに参考文献として組み込まれる1972年5月23日発行の米国特許第3,664,961号明細

10

20

30

40

50

書 (Norris) および 1975 年 12 月 30 日発行の米国特許第 3, 919, 678 号明細書 (Laughlin ら) に記載されている。陽イオン性界面活性剤としては、ここに参考文献として組み込まれる 1980 年 9 月 16 日発行の米国特許第 4, 222, 905 号明細書 (Cockrell) および 1980 年 12 月 16 日発行の米国特許第 4, 239, 659 号明細書 (Murphy) に記載されたものが挙げられる。

【0057】

界面活性剤系としては、通常の $C_{11} \sim C_{18}$ のアルキルベンゼンスルホネート (「LAS」)、第 1 級分岐鎖およびランダム $C_{10} \sim C_{20}$ のアルキルサルフェート (「AS」)、式 $CH_3 (CH_2)_x (CHOSO_3^- M^+) CH_3$ および $CH_3 (CH_2)_y (CHOSO_3^- M^+) CH_2 CH_3$ (式中 x および $(y+1)$ は少なくとも約 7、好ましくは少なくとも約 9 の整数であり、 M は水溶性陽イオン、特にナトリウムである) の $C_{10} \sim C_{18}$ の第 2 級 (2, 3) アルキルサルフェート、オレイルサルフェートのような不飽和サルフェート、 $C_{10} \sim C_{18}$ のアルキルアルコキシサルフェート (「AEXS」、特に EO1~7 のエトキシサルフェート)、 $C_{10} \sim C_{18}$ のアルキルアルコキシカルボキシレート (特に EO1~5 のエトキシカルボキシレート)、 $C_{10} \sim C_{18}$ のグリセロールエーテル、 $C_{10} \sim C_{18}$ のアルキルポリグリコシドおよびそれに対応の硫酸化ポリグリコシド、および $C_{12} \sim C_{18}$ のアルファ-硫酸化脂肪酸エステルが例示されるがこれらに限られるものではない。所望であれば、いわゆる狭いピークのアルキルエトキシレートをはじめとする $C_{12} \sim C_{18}$ のアルキルエトキシレート (「AE」)、 $C_6 \sim C_{12}$ のアルキルフェノールアルコキシレート (特にエトキシレートおよび混合エトキシ/プロポキシ)、 $C_{12} \sim C_{18}$ のベタインおよびスルホベタイン (「スルテイン」)、 $C_{10} \sim C_{18}$ のアミノオキシド等のような通常の非イオン性および両性界面活性剤を界面活性剤系に含めることができる。 $C_{10} \sim C_{20}$ の N-アルキルポリヒドロキシ脂肪酸アミドもまた用いることができる。代表例としては、 $C_{12} \sim C_{18}$ の N-メチルグルカミドが挙げられる。WO 第 9, 206, 154 号明細書を参照のこと。その他の糖誘導界面活性剤としては、 $C_{10} \sim C_{18}$ の N-(3-メトキシプロピル) グルカミドのような N-アルコキシポリヒドロキシ脂肪酸アミドが挙げられる。N-プロピルから N-ヘキシル $C_{12} \sim C_{18}$ のグルカミドを用いて泡立ちを低減することができる。 $C_{10} \sim C_{20}$ の一般的な石鹼もまた用いても構わない。強い泡立ちを望む場合には、分岐鎖 $C_{10} \sim C_{16}$ の石鹼を用いてもよい。疎水性の第 2 級アルキルサルフェートも好ましい。陰イオン性界面活性剤と非イオン性界面活性剤の混合物が特に有用である。その他の通常の有用な界面活性剤については、標準的なテキストに挙げられている。

【0058】

本洗剤組成物は、洗剤ビルダーを含むことができ、また含んでいるのが好ましい。ビルダーは、通常、様々な水溶性、アルカリ金属、アンモニウムまたは置換アンモニウムホスフェート、ポリホスフェート、ホスホネート、ポリホスホネート、カーボネート、シリケート、ボレート、ポリヒドロキシサルフェート、ポリアセテート、カルボキシレートおよびポリカルボキシレートから選ばれる。好ましいのは、上述したもののアルカリ金属、特にナトリウム塩である。本発明に用いるのに好ましいのは、ホスフェート、カーボネート、 $C_{10} \sim C_{18}$ の脂肪酸、ポリカルボキシレートおよびこれらの混合物である。より好ましいのは、トリポリリン酸ナトリウム、ピロリン酸四ナトリウム、シトレート、タートレート、モノ-およびジサクシネート、ケイ酸ナトリウムおよびこれらの混合物 (下記参照) である。

【0059】

無機ホスフェートビルダーは、具体的には、トリポリリン酸、ピロリン酸、約 6~21 の重合度のポリマーメタリン酸およびオルトリン酸ナトリウムおよびカリウムである。ポリホスホネートビルダーの例を挙げると、エチレンジホスホン酸のナトリウムおよびカリウム塩、エタン 1-ヒドロキシー 1, 1-ジホスホン酸のナトリウムおよびカリウム塩、およびエタン 1, 1, 2-トリホスホン酸のナトリウムおよびカリウム塩である。その他のリンビルダー化合物は、いずれもここに参考文献として組み込まれる米国特許第 3, 15

9, 581号明細書、第3, 213, 030号明細書、第3, 422, 021号明細書、第3, 422, 137号明細書、第3, 400, 176号明細書および第3, 400, 148号明細書に開示されている。

【0060】

非リン無機ビルダーとしては、炭酸、重炭酸、三二炭酸、十水和四臭化および SiO_2 対アルカリ金属酸化物の重量比が約0.5～約4.0、好ましくは約1.0～約2.4のケイ酸ナトリウムおよびカリウムが例示される。本発明に有用な水溶性の非リン有機ビルダーとしては、様々なアルカリ金属、アンモニウムおよび置換アンモニウムポリアセテート、カルボキシレート、ポリカルボキシレートおよびポリヒドロキシスルホネートが挙げられる。ポリアセテートおよびポリカルボキシレートビルダーとしては、エチレンジアミン四酢酸、ニトリロ三酢酸、オキシジコハク酸、メリト酸、ベンゼンポリカルボン酸およびクエン酸のナトリウム、カリウム、リチウム、アンモニウムおよび置換アンモニウム塩が例示される。

10

【0061】

ポリマーポリカルボキシレートビルダーについては、その開示内容がここに参考文献として組み込まれる1967年3月7日発行の米国特許第3, 308, 067号(Diehl)明細書に規定されている。かかる材料には、マレイン酸、イタコン酸、メサコン酸、フマル酸、アコニット酸、シトラコン酸およびメチレンマロン酸のような脂肪族カルボン酸のホモおよびコポリマーの水溶性塩が含まれる。これらの材料のうちいくつかは、非石鹸陰イオン性界面活性剤と密に混合された場合にのみ、後述する水溶性陰イオン性ポリマーとして有用である。

20

【0062】

本発明に用いるのに好適なその他のポリカルボキシレートは、両者ともここに参考文献として組み込まれる1979年3月13日発行の米国特許第4, 144, 226号(Crutchfield)明細書および1979年3月27日発行の米国特許第4, 246, 495号(Crutchfield)明細書に記載されている。これらのポリアセタールカルボキシレートは、重合条件下で、グリオキシル酸のエステルと重合開始剤とを架橋させることによって調製できる。得られるポリアセタールカルボキシレートエステルを化学的に安定な末端基に付けて、ポリアセタールカルボキシレートをアルカリ溶液中で早い解重合に対して安定化させ、対応の塩に変換し、洗剤組成物に加える。特に好ましいポリカルボキシレートビルダーは、その開示内容がここに参考文献として組み込まれる1987年5月5日発行の米国特許第4, 663, 071号明細書に記載されたタートレートモノサクシネートおよびタートレートジサクシネートの組み合わせを含むエーテルカルボキシレートビルダー組成物である。

30

【0063】

式 $\text{SiO}_2 \cdot \text{M}_2\text{O}$ (式中、Mはアルカリ金属で、 $\text{SiO}_2 : \text{M}_2\text{O}$ の重量比が約0.5～約4.0)で表される水溶性ケイ酸塩固体は、無水重量基準で約2%～約15%、好ましくは約3%～約8%のレベルで本発明の洗剤顆粒において有用な塩である。無水または水和微粒子ケイ酸塩もまた用いることができる。

【0064】

任意の数の追加の成分を本顆粒洗剤組成物に成分として含めることもできる。例えば、その他の洗剤ビルダー、漂白剤、漂白活性剤、発泡剤または抑泡剤、変色防止および腐食防止剤、汚れ沈殿防止剤、汚れ放出剤、殺菌剤、pH調節剤、非ビルダーアルカリ源、キレート化剤、スメクタイトクレイ、酵素安定化剤および香料が挙げられる。ここに参考文献として組み込まれる1976年2月3日発行の米国特許第3, 936, 537号明細書(Baskerville Jr. ら)を参照のこと。

40

【0065】

漂白剤および活性剤は、ここに参考文献として組み込まれる1983年11月1日発行の米国特許第4, 412, 934号明細書(Chungら)および1984年11月20日発行の米国特許第4, 483, 781号明細書(Hartman)に記載されている。キ

50

レート化剤はまた、ここに参考文献として組み込まれる米国特許第4,663,071号明細書(Bushら)の第17欄54行~第18欄68行に記載されている。泡調節剤も任意の成分であり、ここに参考文献として組み込まれる1976年1月20日発行の米国特許第3,933,672号明細書(Bartollettaら)および1979年1月23日発行の米国特許第4,136,045号明細書(Gaultら)に記載されている。

【0066】

本発明に好適なスメクタイトクレイは、ここに参考文献として組み込まれる1988年8月9日発行の米国特許第4,762,645号明細書(Tuckerら)第6欄3行~第7欄24行に記載されている。本発明に好適な追加の洗剤ビルダーは、ここに参考文献として組み込まれるBaskerville特許の第13欄54行~第16欄16行および1987年5月5日発行の米国特許第4,663,071号明細書(Bushら)に挙げられている。

10

【0067】

【実施例】

以下の実施例は、例証の目的のためだけであって、添付の請求項の範囲を決して限定するものとはみなされない。

【0068】

これらの実施例は、所望のサイズの均一な自由流動するさらさらな高密度洗剤粒子を生成する本発明によるプロセスを例証するものである。

【0069】

20

例1

以下は、流動性が改善され、溶解性の良好な、狭い粒子サイズ分布のダストフリーの高密度顆粒の例である。

【0070】

実施例1および以降の実施例において、噴霧乾燥顆粒は界面活性剤11%、無機塩74%、ポリアクリレートポリマー5%、石鹼5%および水分5%を含んでいる。乾燥凝集体組成物は界面活性剤30%、無機塩62%、アルミノケイ酸ナトリウム4%および水分4%を含んでいる。

【0071】

工程1

30

360kg/hrの噴霧乾燥顆粒(粒子サイズ400 μ m、バルク密度400g/l)および360kg/hrの乾燥凝集体(粒子サイズ450 μ m、バルク密度780g/l)を、8つの鋸歯状のプラウと、ミキサーの長さに沿ってプラウに垂直に取付けられた4つの「クリスマスツリー」型のチョッパーとを備えた中速KM-600^{T M}レジゲミキサーに入れる。ミキサーを4つのゾーンに分割する。プラウとミキサーの壁の間の間隙は約3cmである。壁温度は30℃に維持される。

【0072】

工程2

105~115kg/hrの水性鎖状アルキルベンゼンスルホネートペースト(C11~C18、60%活性)を中速ミキサーへ第1のチョッパーにより分散し、70kg/hrの結晶アルミノケイ酸ナトリウムをミキサーの最後のゾーンに加える。界面活性剤ペーストを50℃で供給し、粉末を室温で供給する。ミキサーの条件は次の通りである。

40

平均滞留時間: 7.5~10分

先端速度: 2~3m/s

延伸力: 20~500W/kg

チョッパーRPM: 3600

【0073】

工程3

中速ミキサーから得られた生成物にガス流動床乾燥、ガス流動床冷却およびサイジングのコンディショニング操作を施す。乾燥機の入口空気温度は120℃、気流速度は1m/s

50

である。乾燥機の入口空気湿度は10%である。冷却機の入口空気温度は10℃、気流速度は1m/sで、入口空気湿度は40%である。サイジングは、上部篩が1180～1900μmの間隔で、下部篩が300～450μmの間隔のMogensen篩い分け機で行う。得られる顆粒のバルク密度は800g/l、平均粒子サイズは600μm、顆粒の3%未満が300μmより小さく、顆粒の3%未満が1180μmを超える。

【0074】

例2

工程1

800グラムの噴霧乾燥顆粒（粒子サイズ400μm、バルク密度400g/l）を総体積4リットルのProcessalTMTilt-a-plowベンチスケールミキサーにおいて2分間予備混合する。このミキサーは標準プラウト、ミキサーの中央に下部が取り付けられた1つのチューリップ形のチョッパーを備えている。

10

【0075】

工程2

200グラムの水性鎖状アルキルベンゼンスルホネートペースト（C11～C18、60%活性）をミキサーに注入し、5分間にわたって、粉末に対するチョッパーの刃の動作により分散する。ペーストは50℃、粉末は室温である。

【0076】

工程3

ペーストを加えた後、2.5分間混合を続け、100グラムの結晶アルミノケイ酸ナトリウムをミキサーに加える。ミキサーの操作条件は次の通りである。

20

総バッチ時間：15分

先端速度：0.5～1m/s

チョッパーRPM：3600

【0077】

さらに3分間混合した後、内容物を流動床に供給して乾燥させる。入口空気温度は105℃、気流速度0.6m/sおよび乾燥時間5分である。次に、乾燥した顆粒を、ロータップ篩振動機を用いて上部篩1180μmおよび下部篩300μmで篩い分けする。

【0078】

得られる顆粒のバルク密度は650～680g/l、平均粒子サイズは600μm、顆粒の3%未満が300μmより小さく、顆粒の3%未満が1180μmを超える。

30

【0079】

例3

工程1

360kg/hrの噴霧乾燥顆粒（粒子サイズ400μm、バルク密度400g/l）および360kg/hrの乾燥凝集体（粒子サイズ450μm、バルク密度780g/l）をShugiミキサーに入れる。40kg/hrの水性鎖状アルキルベンゼンスルホネートペースト（C11～18、30%活性）をSU26二流体ノズル（空気圧力：1～5kg/cm²、液体圧力2～3kg/cm²）を用いて粉末に噴霧する。液体を50℃で噴霧し、粉末は室温である。高速Shugiミキサーの条件は次の通りである。

40

先端速度：24m/s

平均滞留時間：0.1～1秒

延伸力：1～5kW/kg

【0080】

工程2

高速ミキサーから得られたものを中速KM-600TMミキサーに供給し、60kg/hrの水性鎖状アルキルベンゼンスルホネートペースト（C11～C18、60%活性）を中速ミキサーへ第1のチョッパーにより分散し、70kg/hrの結晶アルミノケイ酸ナトリウムをミキサーの最後のゾーンに加える。界面活性剤ペーストを50℃で供給する。中速ミキサーの条件は次の通りである。

50

平均滞留時間：2～3分

先端速度：2～3 m/s

延伸力：20～500 W/kg

チョッパーRPM：3600

【0081】

工程3

中速ミキサーから得られた生成物にガス流動床乾燥、ガス流動床冷却およびサイジングのコンディショニング操作を施す。乾燥機の入口空気温度は120℃、気流速度は1 m/sである。乾燥機の入口空気湿度は40%である。冷却機の入口空気温度は10℃、気流速度は1 m/sで、入口空気湿度は40%である。サイジングは、上部篩が1180～1900 μmの間隔で、下部篩が300～450 μmの間隔のMogensen篩い分け機で行う。

10

【0082】

得られる顆粒のバルク密度は550～600 g/l、平均粒子サイズは600 μm、顆粒の3%未満が300 μmより小さく、顆粒の3%未満が1180 μmを超える。

【0083】

任意で、プロセスで生成された小さいサイズのものを20%のレベルでSchug iにより、そして大きいサイズの研削物を20%のレベルで流動床により再生することができる。

【0084】

20

例4

工程1

360 kg/hrの噴霧乾燥顆粒（粒子サイズ400 μm、バルク密度400 g/l）および360 kg/hrの乾燥凝集体（粒子サイズ450 μm、バルク密度780 g/l）を高速Shug iミキサーに入れる。40 kg/hrの水性鎖状アルキルベンゼンスルホネートペースト（C11～18、30%活性）をSU26二流体ノズル（空気圧力：1～5 kg/cm²、液体圧力2～3 kg/cm²）を用いて粉末に噴霧する。液体を50℃で噴霧し、粉末は室温である。高速Shug iミキサーの条件は次の通りである。

先端速度：24 m/s

平均滞留時間：0.1～1秒

延伸力：1～5 kW/kg

30

【0085】

工程2

Schug iミキサーから得られたものを中速KM-600TMミキサーに供給し、40 kg/hrの水性鎖状アルキルベンゼンスルホネートペースト（C11～C18、60%活性）を中速ミキサーへ第1のチョッパーにより分散し、50 kg/hrの結晶アルミノケイ酸ナトリウムをミキサーの最後のゾーンに加える。界面活性剤ペーストを50℃で供給する。中速ミキサーの条件は次の通りである。

平均滞留時間：2～3分

先端速度：2～3 m/s

延伸力：20～500 W/kg

チョッパーRPM：3600

40

【0086】

工程3

中速ミキサーから得られた生成物を第2の高速Shug iミキサーに供給する。20 kg/hrの水性ポリエチレングリコール溶液（分子量：4000、40%活性）をSU26二流体ノズル（空気圧力：1～5 kg/cm²、液体圧力：2～3 kg/cm²）を用いて粉末に噴霧する。液体を50℃で噴霧する。Schug iミキサーの操作条件は次の通りである。

先端速度：24 m/s

50

平均滞留時間：0.1～1秒

延伸力：1～5kW/kg

【0087】

工程4

Schug i から得られたものにガス流動床乾燥、ガス流動床冷却およびサイジングのコンディショニング操作を施す。乾燥機の入口空気温度は120℃、気流速度は1m/sである。乾燥機の入口空気湿度は10%である。冷却機の入口空気温度は10℃、気流速度は1m/sで、入口空気湿度は40%である。サイジングは、上部篩が1180～1900μmの間隔で、下部篩が300～450μmの間隔のMogensen篩い分け機で行う。

10

【0088】

得られる顆粒のバルク密度は500～550g/l、平均粒子サイズは600μm、顆粒の3%未満が300μmより小さく、顆粒の3%未満が1180μmを超える。

【0089】

例5

工程1

360kg/hrの噴霧乾燥顆粒（粒子サイズ400μm、バルク密度400g/l）および360kg/hrの乾燥凝集体（粒子サイズ450μm、バルク密度780g/l）をKM-600TMミキサーに入れる。60kg/hrの水性鎖状アルキルベンゼンスルホネートペースト（C11～C18、60%活性）を第1のチョッパーにより中速ミキサーに分散させ、50kg/hrの結晶アルミノケイ酸ナトリウムをミキサーの最後のゾーンに加える。界面活性剤ペーストを50℃で、粉末は室温である。KM-600TMミキサーの条件は次の通りである。

20

平均滞留時間：2～3分

先端速度：2～3m/s

延伸力：20～500W/kg

チョッパーRPM：3600

【0090】

工程2

KM-600TMミキサーから得られたものを高速Schug i ミキサーに供給し、40kg/hrの水性ポリエチレングリコール溶液（分子量：4000、40%活性）をSU26二流体ノズル（空気圧力：1～5kg/cm²、液体圧力：2～3kg/cm²）を用いて粉末に噴霧する。液体を50℃で噴霧する。Schug i ミキサーの操作条件は次の通りである。

30

先端速度：24m/s

平均滞留時間：0.1～1秒

延伸力：1～5kW/kg

【0091】

工程3

Schug i ミキサーから得られた生成物にガス流動床乾燥、ガス流動床冷却およびサイジングのコンディショニング操作を施す。乾燥機の入口空気温度は120℃、気流速度は1m/sである。乾燥機の入口空気湿度は10%である。冷却機の入口空気温度は10℃、気流速度は1m/sで、入口空気湿度は40%である。サイジングは、上部篩が1180～1900μmの間隔で、下部篩が300～450μmの間隔のMogensen篩い分け機で行う。

40

【0092】

得られる顆粒のバルク密度は550～600g/l、平均粒子サイズは600μm、顆粒の3%未満が300μmより小さく、顆粒の3%未満が1180μmを超える。

【0093】

例6

50

工程 1

360 kg/h r の噴霧乾燥顆粒（粒子サイズ 450 μm 、バルク密度 780 g/l）を高速 Shugi ミキサーに入れる。40 kg/h r の水性鎖状アルキルベンゼンスルホネートペースト（C11～18、30% 活性）を SU26 二流体ノズル（空気圧力：1～5 kg/cm²、液体圧力 2～3 kg/cm²）を用いて粉末に噴霧する。液体を 50℃ で噴霧し、粉末は室温である。Shugi ミキサーの条件は次の通りである。

先端速度：24 m/s

平均滞留時間：0.1～1 秒

延伸力：1～5 kW/kg

【0094】

10

工程 2

高速ミキサーから得られたものを中速 KM-600TM ミキサーに供給する。360 kg/h r の噴霧乾燥顆粒（粒子サイズ 400 μm 、バルク密度 400 g/l）をミキサーに供給し、60 kg/h r の水性鎖状アルキルベンゼンスルホネートペースト（C11～C18、60% 活性）を中速ミキサーへ第1のチョッパーにより分散し、70 kg/h r の結晶アルミノケイ酸ナトリウムをミキサーの最後のゾーンに加える。界面活性剤ペーストを 50℃ で供給し、粉末は室温である。KM-600TM ミキサーの条件は次の通りである。

平均滞留時間：2～3 分

先端速度：2～3 m/s

20

延伸力：20～500 W/kg

チョッパー RPM：3600

【0095】

工程 3

KM-600TM から得られた生成物にガス流動床乾燥、ガス流動床冷却およびサイジングのコンディショニング操作を施す。乾燥機の入口空気温度は 120℃、気流速度は 1 m/s である。乾燥機の入口空気湿度は 10% である。冷却機の入口空気温度は 10℃、気流速度は 1 m/s で、入口空気湿度は 40% である。サイジングは、上部篩が 1180～1900 μm の間隔で、下部篩が 300～450 μm の間隔の Mogenssen 篩い分け機で行う。

30

【0096】

得られる顆粒のバルク密度は 450～550 g/l、平均粒子サイズは 600 μm 、顆粒の 3% 未満が 300 μm より小さく、顆粒の 3% 未満が 1180 μm を超える。

【0097】

本発明を詳細に説明したが、当業者であれば、本発明の範囲から逸脱することなく様々な変更が行えることは明白であり、本発明は本明細書に記載されたことに限定されないものとする。

フロントページの続き

- (72)発明者 スコット、ウィリアム、カペシ
アメリカ合衆国オハイオ州、ノース、ベンド、サイテーション、レイン、3285
- (72)発明者 ギリシュ、ジャガナース
兵庫県神戸市東灘区向洋町中1-10-101-3801
- (72)発明者 ノエ、オンコイ、ヒダルゴ
兵庫県神戸市東灘区向洋町中1-4-124-1006
- (72)発明者 マニバンナン、カンダサミー
兵庫県神戸市東灘区向洋町中5-11-501-2508
- (72)発明者 数 田 孝
兵庫県神戸市中央区再度筋町16-1-305アール
- (72)発明者 中 村 雄 二
兵庫県西宮市甲子園口1-4-17-101

審査官 坂井 哲也

- (56)参考文献 特表平10-500716 (JP, A)
国際公開第1999/019454 (WO, A1)
国際公開第1998/006816 (WO, A1)
国際公開第1998/014552 (WO, A1)
国際公開第1998/014551 (WO, A1)
国際公開第1998/014553 (WO, A1)
国際公開第1998/014557 (WO, A1)
国際公開第1998/014558 (WO, A1)
特開平08-027494 (JP, A)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
C11D 1/00-17/08