

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.⁷
C11D 11/00
C11D 17/06



[12] 发 明 专 利 说 明 书

[21] ZL 专利号 96193487.5

[43] 授权公告日 2003 年 8 月 13 日

[11] 授权公告号 CN 1117849C

[22] 申请日 1996.3.27 [21] 申请号 96193487.5

[30] 优先权

[32] 1995. 4. 27 [33] EP [31] 95302859.4

[86] 国际申请 PCT/US96/04225 1996.3.27

[87] 国际公布 WO96/34082 英 1996.10.31

[85] 进入国家阶段日期 1997.10.24

[71] 专利权人 普罗格特 - 甘布尔公司

地址 美国俄亥俄州

[72] 发明人 P·R·布鲁厄姆 G·伯吉斯

[56] 参考文献

US5366652A 1994.11.22 C11D11/00

WO9403568A 1994.02.17

审查员 赵小凌

[74] 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

代理人 马崇德 张元忠

权利要求书 1 页 说明书 9 页

[54] 发明名称 制备颗粒洗涤剂组分的方法

[57] 摘要

本发明涉及制备具有堆积密度大于 650g/l 的颗粒洗涤剂组合物或组分的方法,该方法包括在高速混合器中将液体粘合剂完全分散于粉末物流中以形成颗粒附聚物的步骤,其中粉末物流含有油吸收能力至少 40ml/100g,优选至少 45ml/100g,最优选至少 50ml/100g 的结晶沸石 A。

I S S N 1 0 0 8 - 4 2 7 4

1. 制备具有堆积密度大于 650g/l 的颗粒洗涤剂组分的方法，该方法包括在高速混合器中将液体粘合剂完全分散于粉末物流中以形成颗粒附聚物的步骤，其中粉末物流含有油吸收能力为至少 40ml/100g 的结晶沸石 A，以及该颗粒洗涤剂组分包含结晶沸石 A 以及至少 30 重量%的硅油。
2. 权利要求 1 的方法，其中所述颗粒洗涤剂 组分包含：
(a) 20%至 70 重量%的油吸收能力为至少 40ml/100g 的结晶沸石 A；
及
(b) 至少 30 重量%的硅油。
3. 权利要求 1 的方法，其中颗粒附聚物的形成步骤如下：
在高速混合器中以 2 秒-30 秒的停留时间进行混合；
然后在中速混合器/附聚器中以通过所述中速混合器少于 5 分钟的停留时间进行进一步混合，其中，任选地加入细粉碎的粉末。
4. 权利要求 3 的方法，其中通过所述中速混合器的停留时间少于 2 分钟。
5. 权利要求 1 的方法，其中所述的颗粒洗涤剂组分还含有经中和的阴离子表面活性剂。
6. 权利要求 1 的方法，其中所述的颗粒洗涤剂组分还含有选自阴离子、非离子、阳离子、两性、两性离子表面活性剂和它们的混合物的表面活性剂。
7. 权利要求 2 的方法，其中所述的颗粒洗涤剂组分还含有选自阴离子、非离子、阳离子、两性、两性离子表面活性剂和它们的混合物的表面活性剂。
8. 权利要求 1 的方法，其中所述的结晶沸石 A 的油吸收能力是至少 45ml/100g。
9. 权利要求 1 的方法，其中所述的结晶沸石 A 的油吸收能力是至少 50ml/100g。

制备颗粒洗涤剂组分的方法

5 本发明涉及连续制备具有高堆积密度和良好流动性的颗粒洗涤剂组合物或组分的方法。在该组合物和组分中，人们已知使用在洗涤剂领域已知的水溶性结晶材料，结晶沸石 A 作为助洗剂，这尤其适合于从硬水中除去阳离子，例如钙和镁。

10 结晶沸石 A 是很细的粉碎的粉末。在加入最终产物，尤其是最终的洗涤剂组合物之前，人们通常将细粉碎的粉末加工成较大颗粒形式(通常 400-1000 微米)。各种造粒方法是已知的，其包括喷雾干燥和附聚。其中使用沸石 A 作为组分之一的常规的附聚方法在现有技术中是已知的：

15 1979 年 4 月 25 日公开的 GB2005715 描述了一种基于沸石 A 的附聚方法。沸石 A 与碳酸盐/碳酸氢盐一起附聚制成非离子表面活性剂附聚物。

1993 年 12 月 23 日公开的 WO93/25378 描述了制备含有沸石 A 的颗粒洗涤剂的方法。沸石 A 与高活性、中和的表面活性剂浆料在高速混合器和中速混合器/附聚器中附聚以制备阴离子表面活性剂附聚物。

20 限制上述现有技术的表面活性剂活性的因素之一是沸石 A 吸收液体有机物质的容量。人们已建议用沸石 P(尤其是沸石 MAP)代替沸石 A 可解决该问题：

25 1993 年 1 月 7 日公开的 EP521635 描述了使用 10 %-100 % 沸石 MAP 制备的颗粒洗涤剂。沸石 MAP 具有不同于沸石 A 的化学组成。在该专利申请的实施例 1 中，报导了沸石 MAP 的油吸收容量为 41.6ml/100g，它高于沸石 A 的测量试样，沸石 A 为 26-35.5ml/100g。

然而，常规结晶沸石 A 的化学结构的改性(即改性 Si、Al、Na、O、H 的化学计量比)并不总是合乎需要的，因为沸石的其它性质和特征必然受影响。

30 本发明的目的是提供制备颗粒洗涤剂的造粒方法，其在颗粒附聚物中加入高吸收的结晶沸石，而不损失其助洗剂能力，尤其是钙交换能力和钙交换速率。

本发明的目的是通过在权利要求 1 中公开的方法使用具有较高油吸

收能力的改性结晶沸石 A 实现的。为获得至少 40ml/100g 的油吸收能力沸石 A 具有改性的物理结构(即结晶度、表面积特征、水分含量等等),而不是改变化学结构。以这种方式,仍可利用沸石 A 杰出的助洗剂性质。

- 5 本发明的另一目的是提供制备具有改善的加工稳定性和在过程中形成的过大颗粒(或“结块”)的量下降的颗粒洗涤剂的造粒方法。

发明概述

- 10 本发明的目的通过制备堆积密度大于 650g/l 的颗粒洗涤剂组合物或组分的方法得以实现,该方法包括在高速混合器中将液体粘合剂完全分散于粉末物流中以形成颗粒附聚物的步骤,其中粉末物料含有油吸收能力至少 40ml/100g,优选至少 45ml/100g,最优选至少 50ml/100g 的结晶沸石 A。

- 15 在本发明的优选实施方案中,在高速混合器中通过约 2 秒-约 30 秒的停留时间的混合形成颗粒附聚物,然后在中速混合器/附聚器中通过少于约 5 分钟,优选少于约 2 分钟的中速混合器停留时间进一步混合的步骤,其中可选择性地加入细粉碎的粉末。

- 20 在本发明的不同的实施方案中,液体助洗剂是表面活性剂浆料、有机聚合物或硅油。表面活性剂浆料可含有阴离子、非离子、阳离子、两性、两性离子表面活性剂和它们的混合物;其中阴离子和/或非离子表面活性剂是最优选的。

发明详述

- 25 在本发明中造粒定义为制备本身为颗粒的颗粒附聚物的颗粒产物的方法(根据 S. A. Kuti,“附聚-实用的选择”,公开于 Journal American Oil Chemists' Society,第 55 卷,1978 年 1 月)。颗粒附聚物在本发明定义为该造粒过程的产物。Kuti 接着说明“附聚物通常通过混合固体和用作粘合剂的液体形成,但通常难以制备没有结块的液体-固体混合物”。

- 30 在本发明中被 Kuti 称为的“固体”将含有具有下文中详细描述的一些物理特征的结晶沸石 A。我们发现“固体”的选择大大有利于制备无结块的液体-固体混合物。

本发明的颗粒附聚物的主要成分在下式的结晶沸石 A:



其中 x 是 1-2, 和 w 是 0-6.

颗粒尺寸最高达 10 微米的水合或部分水合的钠沸石 A 是优选的.

在尤其优选的实施方案中, $x = 2$, 沸石 A 具有下式:



其中 $(6w')$ 为约 20-约 30, 尤其为约 27, 并具有通常小于约 5 微米
5 的颗粒尺寸. 本发明中结晶沸石 A 的量优选为所述颗粒洗涤剂重量的 20% 至 70 重量%.

本发明的沸石 A 材料含有至高达 28 % 的水. 优选的助洗剂材料是水合形式的, 含有按重量计约 5 % -约 28 % 的水. 更优选的结晶硅酸铝离子交换材料在其结晶基体中含有约 10 % -约 22 % 的水. 结晶沸石 A
10 材料的进一步的特征在于约 0.1-约 10 微米的颗粒尺寸直径. 优选的离子交换材料具有约 0.2 微米-约 4 微米的颗粒尺寸直径. 本发明中术语“颗粒尺寸直径”表示按一定的离子交换材料的重量计的平均颗粒尺寸直径, 由常规分析技术, 例如使用电子扫描显微镜的显微镜测定方法. 本发明的结晶沸石 A 材料的另一特征在于基于干基计算的钙离子交换能力为 至少约 200mg 当量碳酸钙水硬度/g 硅酸铝, 通常为约 300mg 当量
15 /g 至 352mg 当量/g. 本发明的沸石 A 材料的进一步的特征在于基于钙离子硬度, 它们的钙离子交换速率为至少约 2 格令 Ca^{++} /加仑/分钟/克/加仑(0.13g Ca^{++} /升/分钟/克/升)硅酸铝(干基), 通常为 2 格令 Ca^{++} /加仑/分钟/克/加仑(0.13g Ca^{++} /升/分钟/克/升)至 6 格令 Ca^{++} /加仑/分钟/克/加仑
20 (0.39g Ca^{++} /升/分钟/克/升). 最佳的用于助洗剂的硅酸铝显示的钙离子交换速率为至少 4g Ca^{++} /加仑/分钟/克/加仑(0.26g Ca^{++} /升/分钟/克/升).

用于本发明的沸石 A 是商业上可得到的. 合适的沸石 A 材料的试样由 Soprolit(制造商参考编号 94/099/1)和 Enichem(制造商参考编号 AF1094). 用于本发明的硅酸铝在结构上是结晶的, 可以是天然产生硅
25 酸铝或合成得到的. 制备硅酸铝离子交换材料的方法在 1976 年 10 月 12 日颁布的 Krummel 等人的 US3985669 中讨论, 该专利列为本文参考文献.

本发明的一个主要特征是用形成颗粒附聚物的沸石 A 具有至少 40ml/100g, 优选至少 45ml/100g, 最优选至少 50ml/100g 的油吸收能力. 测定油吸收能力的方法在下文中的“测试方法”中说明.
30

其它形式的沸石可选择性地与沸石 A 混合, 例如沸石 P、沸石 X 和沸石 HS.

本发明的颗粒附聚物还可含有其它洗涤剂组分。

高级脂肪酸的水溶性盐，即“皂”是本发明组合物中有用的阴离子表面活性剂。其包括碱金属皂，例如含有约 8 个-约 24 个碳原子，优选约 12-约 18 个碳原子的高级脂肪酸的钠、钾、铵和烷基铵盐。皂可以通过脂肪和油的直接皂化或通过游离脂肪酸的中和制备。尤其有用的是由椰子油和动物脂得到的脂肪酸混合物的钠和钾盐，即钠或钾动物油和椰子油皂。中和的阴离子表面活性剂是优选的。

有用的阴离子表面活性剂还包括水溶性盐，优选在其分子结构中含有约 10-约 20 碳原子的烷基和磺酸或硫酸酯基团的有机硫酸化反应产物的碱金属、铵和烷醇铵盐。(在术语“烷基”中包括的有酰基的烷基部分)。合成该组表面活性剂的实例是烷基硫酸钠和钾，尤其是通过硫酸化高级脂肪醇(C₈-C₁₈ 碳原子)，例如通过还原动物或椰子油的甘油酯得到的醇，得到的产物；烷基苯磺酸钠和钾，其中烷基含有约 9-约 15 个碳原子，为直链或支链构型，例如在 US2220099 和 2477383 中描述的那些；和磺酸甲酯。尤其有价值的是直链烷基苯磺酸盐，其中在烷基中平均碳原子数为约 11-13，缩写为 C₁₁-C₁₃LAS。

本发明的其它阴离子表面活性剂是烷基甘油醚磺酸钠，尤其由动物和椰子油得到的高级醇的醚；椰子油脂肪酸单甘油酯磺酸钠和硫酸钠；每分子含有约 1-约 10 个环氧乙烷单元的烷基苯酚环氧乙烷醚磺酸钠或钾盐，其中烷基含有约 8-约 12 个碳原子；和每分子含有约 1-约 10 个环氧乙烷单元的烷基环氧乙烷醚磺酸钠或钾盐，其中烷基含有约 10-约 20 个碳原子。

本发明其它有用的阴离子表面活性剂包括在脂肪酸基团中含有约 6 至 20 个碳原子和在酯基中含有约 1-10 个碳原子的 α -磺化脂肪酸酯的水溶性盐；在酰基部分含有约 2-9 个碳原子和在烷烃部分含有约 9-约 23 个碳原子的 2-酰氧基-烷烃-1-磺酸的水溶性盐；在烷基部分含有约 10-20 个碳原子和约 1-约 30 摩尔环氧乙烷的烷基醚磺酸盐；含有约 12-24 个碳原子的烯烃磺酸盐的水溶性盐；和在烷基部分含有约 1-3 个碳原子和在烷烃部分含有约 8-约 20 个碳原子的 β -烷氧基烷烃磺酸盐。尽管通常讨论和使用酸式盐，但作为细分散混合步骤的部分可进行酸的中和。

在本发明的组合物中水溶性非离子表面活性剂也可用作表面活性剂。事实上，优选的方法使用阴离子/非离子混合物。该非离子材料包括

通过烯化氧基团(亲水性)与性质上是脂族或烷基芳烃的有机疏水化合物的缩合制备的化合物。与任何特定的疏水基团缩合的聚氧化烯基团的长度可容易地调节以得到具有所需亲水和疏水部分平衡的水溶性化合物。

- 5 合适的非离子表面活性剂包括烷基苯酚的聚环氧乙烷缩合物,例如具有含约 6-16 个碳原子的直链或支链构型的烷基的烷基苯酚与每摩尔烷基苯酚约 4-25 摩尔环氧乙烷的缩合产物。

- 10 优选的非离子表面活性剂是含有 8-22 个碳原子的直链或支链构型的脂族醇与每摩尔醇 1-25 摩尔环氧乙烷,尤其是每摩尔醇 2-7 摩尔环氧乙烷的水溶性缩合产物。尤其优选的是具有含约 9-15 个碳原子的烷基的醇的缩合产物;和丙二醇与环氧乙烷的缩合产物。

- 15 其它优选的非离子表面活性剂是多羟基脂肪酸酰胺,它通过使脂肪酸酯与 N-烷基多羟基胺反应制备。用于本发明的优选的胺是 N-(R1)CH₂(CH₂OH)₄-CH₂-OH 和优选的酯是 C₁₂-C₂₀ 脂肪酸甲酯。最优选的是 N-甲基葡萄糖胺(它由葡萄糖得到)与 C₁₂-C₂₀ 脂肪酸甲酯的缩合产物。

- 20 制备多羟基脂肪酸酰胺的方法在 1992 年 4 月 16 日公开的 WO9206073 中描述。该申请描述了在溶剂存在下制备多羟基脂肪酸酰胺的方法。在该发明的更优选的实施方案中, N-甲基葡萄糖胺与 C₁₂-C₂₀ 甲基酯反应。其中还说,颗粒洗涤剂组合物的配制者会发现在含有烷氧基化,尤其是乙氧基化(EO 3-8)C₁₂-C₁₄ 醇存在下可容易地进行酰胺化反应(第 15 页,第 22-27 行)。其直接得到适用于本发明的非离子表面活性剂体系,例如其含有 N-甲基葡萄糖酰胺和每分子 3 个乙氧基化基团的 C₁₂-C₁₄ 醇。

- 25 半极性非离子表面活性剂包括含有一个约 10-18 个碳原子的烷基和两个选自含有 1-约 3 个碳原子的烷基和羟基烷基的基团的水溶性氧化胺;含有一个约 10-18 个碳原子的烷基和两个选自含有 1-约 3 个碳原子的烷基和羟基烷基的基团的水溶性氧化膦;和含有一个约 10-18 个碳原子的烷基和一个选自含有 1-约 3 个碳原子的烷基和羟基烷基的基团的水溶性亚砷。
- 30

两性表面活性剂包括脂族衍生物或杂环仲和叔胺的脂族衍生物,其中脂族基团可以是直链或支链的,和其中脂族取代基之一含有约 8-18

个碳原子，和至少一个脂族取代基含有离阴离子水增溶基团。

两性离子表面活性剂包括脂族季铵、磷、和硫化合物衍生物，其中脂族取代基之一含有约 8-18 个碳原子。

有用的阳离子表面活性剂包括式 $R_4R_5R_6R_7N^+X^-$ 的水溶性季铵化合物，其中 R_4 是 10-20，优选 12-18 个碳原子的烷基， R_5 、 R_6 和 R_7 分别是 C_1 - C_7 的烷基，优选甲基； X 是阴离子，例如氯离子。该三甲基铵化合物的实例包括 C_{12-14} 烷基三甲基氯化铵和椰子烷基三甲基 N - 甲硫酸铵。

本发明的颗粒洗涤剂可含有中性或碱性盐，它在水溶液中具有 7 或更大的 pH，在性质上可以是无机或有机的。助洗剂盐有助于向本发明的洗涤剂颗粒提供所需的堆积密度。尽管某些盐是惰性的，但许多盐在洗衣溶液中还起洗涤助洗剂材料的作用。

中性水溶液盐的实例包括碱金属、铵或取代的铵的氯化物、氟化物和硫酸盐。上述的碱金属盐，尤其是钠盐是优选的。硫酸钠通常用于洗涤剂颗粒中，是尤其优选的盐。柠檬酸，和通常任何其它有机或无机酸可加入本发明的颗粒洗涤剂中，只要它与附聚组合物中其它组分化学相容。

其它有用的水溶液盐包括通常已知的洗涤剂助洗剂材料的化合物。助洗剂通常选自各种水溶性的碱金属、铵或取代的铵的磷酸盐、聚磷酸盐、膦酸盐、聚膦酸盐、碳酸盐、硅酸盐、硼酸盐和多羟基碳酸盐。优选的是上述的碱金属盐，尤其是钠盐。

无机磷酸盐助洗剂的具体实例是三聚磷酸盐、焦磷酸盐、聚合度为约 6-21 的聚合偏磷酸盐和正磷酸盐的钠和钾盐。聚磷酸盐助洗剂的实例是乙二膦酸钠和钾盐，乙烷，1-羟基-1，1-二膦酸的钠和钾盐和乙烷，1，1，2-三膦酸的钠和钾盐。其它磷助洗剂化合物在 US3159581；US3213030；US3422021；US3422137；US3400176；US3400148 中公开，列为本文参考文献。

非磷无机助洗剂的实例是碳酸盐、碳酸氢盐、倍半碳酸盐、十水四硼酸盐和二氧化硅与碱金属氧化物的摩尔比为约 0.5-约 4.0，优选约 1.0-约 2.4 的硅酸盐的钠和钾盐。为了操作，由本发明的方法制备的组合物不需要过量的碳酸盐，并优选如 1980 年 4 月 1 日颁布的 Clarke 等人的 US4196093 中所述不需要超过 2 % 细粉碎的碳酸钙，并优选没有后者。

同样有用的是各种有机聚合物,其中某些还可用作助洗剂以改善洗涤能力。该聚合物包括羧基-低级烷基纤维素钠、低级烷基纤维素钠和羟基低级烷基纤维素钠,例如,羧甲基纤维素钠、甲基纤维素钠和羟丙基纤维素钠,聚乙烯醇(它通常还含有某些聚乙烯乙酸酯)、聚丙烯酰胺、聚丙烯酸酯和各种共聚物,例如马来酸和丙烯酸的共聚物。这些聚合物的分子量可广泛变化,但大多数为 2000-100000 范围内。其它合适的聚合物是聚胺 N-氧化物聚合物、N-乙烯基咪唑烷酮和 N-乙烯基咪唑的共聚物、聚乙烯基吡咯烷酮聚合物、聚乙烯基噁唑烷酮和聚乙烯咪唑或它们的混合物。

- 5 聚合的聚羧酸盐助洗剂在 1967 年 3 月 7 日颁布的 Diehl 的 US 3308067 中描述。该材料包括脂族羧酸,例如马来酸、衣康酸、中康酸、富马酸、乌头酸、柠康酸和亚甲基丙二酸的均-和共聚物的水溶性盐。

硅油

- 15 颗粒的泡沫抑制剂也可以通过将粉末物流加入附聚单元而直接加入本发明的附聚物中或通过干添加法加入最终组合物中。这些颗粒的泡沫抑制活性优选基于脂肪酸或硅氧烷。

在本发明的一个实施方案中,硅油(优选是至少 30 重量%的硅油)吸收在特殊的沸石 A 上。

选择性组分

- 20 通常用于洗涤剂组合物的其它组分可包括在本发明的组合物中。其包括流动助剂、色斑、漂白剂和漂白活性剂、发泡剂或抑泡剂、防霉暗剂和防腐剂、污垢悬浮剂、污垢释放剂、染料、填料、荧光增白剂、杀菌剂、pH 调节剂、非助洗剂碱源、增溶剂、酶、酶稳定剂、螯合剂和香料。

- 25 这些选择性的组分,尤其是荧光增白剂,可直接加入本发明的附聚物中或者可作为适合于干加入法的单独颗粒的组分加入本发明的附聚物的组分中。

加工

- 30 有用的附聚方法在 1992 年 10 月 28 日公开的 EP-A-510746 和 1993 年 12 月 23 日公开的 WO93/25378 中公开。这些申请描述固体与高活性中和表面活性剂浆料的附聚。然而,人们可理解,高活性中和浆料可完全或部分被其它表面活性剂,尤其是非离子表面活性剂代替(如 1995 年 3 月 15 日公开的 EP643130),或被有机聚合物或硅油代替。本发明的优

选实施方案在如下实施例中详细描述。

测试方法

油吸收值可由如下 British Standards , BS3483 : part 7:1982(相应于 ISO 787/5-1980)测定。使用含有游离碱少于 0.5 % 的 5g 沸石 A 试样。油吸收值(OAV)由下式表示:

$$\text{OAV} = \frac{\text{油的体积(ml)}}{\text{沸石试样的重量(g)}}$$

实施例

所有值按重量%表示。沸石含量以水合的基准(包括 15 % 按重量计的结合水)计。

	实施例 1	实施例 2	实施例 3	比较实施例 A
沸石 A*	32	22	52	-
沸石 A #	-	-	-	32
C12-15AS	24	31	-	24
C12-15AE3S	6	8	-	6
碳酸钠	25	12	13	25
共聚物	-	12	-	-
非离子表面活性剂	-	-	30	-
水	5	5	-	5
少量组分	8	10	5	8

沸石 A*由 Industrial Zeolites(UK)Ltd. of Thurrock , Essex , England 提供, 油吸收能力 45.5ml/100g .

沸石 A # 由 Degussa 以商品名 Wessalith®提供, 油吸收能力 36ml/100g .

C12-15AS 是烷基硫酸钠, 烷基链主要含 C12-C15 .

C12-15AE3S 是烷基醚硫酸钠, 烷基链主要含有 C12-C15 , 和每分子平均 3 个乙氧基。

共聚物是丙烯酸和马来酸的共聚物。

非离子表面活性剂含有 7 份乙氧基化醇, 其中烷基链主要含有 C12-C15 , 和每分子平均 3 个乙氧基, 和 3 份 C12-14 多羟基脂肪酸酰胺。

少量组分主要是硫酸盐和一些其它少量的杂质。

含有实施例 1 的组分的颗粒附聚物通过如下方法制备。将粉末原料(沸石 A 和碳酸钠)加入以 64rpm 旋转的 Eirich®混合器的锅内,混合 10 秒钟。然后停止混合器锅,将预热的表面活性剂浆料(50 °C),在水溶液中的 80 % 表面活性剂活性成分,以片的形式加入粉末中间形成的空隙。取出的疏松粉末放置在浆料上以将其完全覆盖。然后,混合器重新旋转,锅以 64rpm 旋转,切碎机设定为 2500rpm。当颗粒附聚物开始形成时,停止混合(此时,由 Eirich 控制的电流由 2.8 上升至 3 安培)。

得到的颗粒附聚物是自由流动的,含有少于按重量计 25 % 的筛上颗粒(筛上颗粒被认为是具有大于 1600 微米的颗粒尺寸的颗粒)。

含有实施例 2 的组分的颗粒附聚物通过如下方法制备。

通过硫酸化和中和合适的醇制备含有表面活性剂的浆料,得到的浆料的含水量为 18 %。用泵将浆料送入高剪切混合器(Loedige CB®),同时在高剪切混合器中加入沸石 A 和碳酸钠,与其中的高粘度浆料彻底混合。得到的混合物直接转移至低剪切混合器(Loedige KM®),形成附聚物。在从低剪切混合器中排出后,将附聚物过筛以除去筛上料“结块”和细粒。最后将附聚物在流化床中冷却,在与其它洗涤剂粉末干混以制备最终产物之前贮存。在高剪切混合器中的停留时间约为 8 秒,在低剪切混合器中的停留时间为约 35 秒。

含有实施例 3 的组合物的颗粒附聚物通过与实施例 2 的相同方法制备,阴离子表面活性剂浆料被作为粘性浆料的保持在 70 °C 的非离子表面活性剂代替。

含有比较实施例 A 的组分的颗粒附聚物通过与实施例 1 的相同的方法制备,使用与实施例 1 中所述的相同的混合粉末和浆料的时间。得到的颗粒附聚物含有大于按重量计 25 % 的筛上颗粒(筛上颗粒被认为是具有大于 1600 微米的颗粒尺寸的颗粒)。