

# [12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 99802802.9

[43] 公开日 2001 年 4 月 4 日

[11] 公开号 CN 1290295A

[22] 申请日 1999.2.2 [21] 申请号 99802802.9

[30] 优先权

[32]1998.2.10 [33]GB [31]9802850.9

[32]1998.3.5 [33]GB [31]9804714.5

[86] 国际申请 PCT/EP99/00665 1999.2.2

[87] 国际公布 WO99/41352 英 1999.8.19

[85] 进入国家阶段日期 2000.8.9

[71] 申请人 荷兰联合利华有限公司

地址 荷兰鹿特丹

[72] 发明人 H·比尔 J·W·戈尔顿 G·范科彭

M·范德克拉安

J·波尔特弗里埃特

[74] 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

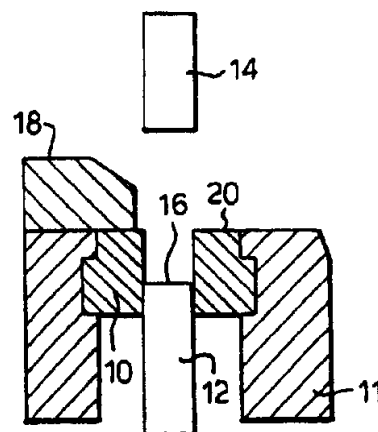
代理人 张元忠 杨丽琴

权利要求书 2 页 说明书 16 页 附图页数 2 页

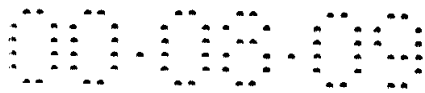
[54] 发明名称 洗涤剂组合物片

[57] 摘要

一种压制的颗粒洗涤剂组合物片,其具有在片表面(37)周边周围的压印(39)。由该压印限定的表面优选具有较高的渗透力并比压印(39)本身的表面粗糙。这种片可通过一种方法制备,其中将洗涤剂组合物在一模子中压制,至少一个冲模在接触组合物的表面上具有弹性表面层(36),层(36)由形成压印(39)的刚性支圈(30)包围。

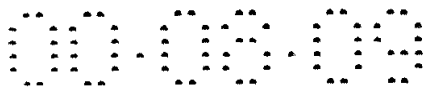


ISSN 1008-4274



## 权 利 要 求 书

1. 一种制备用于洗涤织物的洗涤剂组合物片的方法，该方法包括在具有一对冲模的模子中压制含有 5% - 50% 重量表面活性剂和 5% - 80% 重量洗涤助洗剂的颗粒洗涤剂组合物，所述的一对冲模彼此可相对或相反移动，至少一个冲模在接触组合物的面上具有弹性表面层，该层在其周边具有厚度至少 0.3mm，其中冲模具有包围弹性层周边的刚性支圈。
2. 根据权利要求 1 的方法，其中包围弹性料的刚性支圈是与冲模的主体成一整体的金属支圈。
3. 根据权利要求 1 或 2 的方法，其中接触洗涤剂组合物的支圈面的宽度为 0.5 - 2.5mm。
4. 根据任一权利要求 1 - 3 的方法，其中弹性料表面层在其整个面积范围上具有厚度至少 0.5mm。
5. 根据任一权利要求 1 - 4 的方法，其中由支圈封闭的弹性料的面积是支圈面积的至少 4 倍。
6. 根据任一权利要求 1 - 5 的方法，其中支圈是从下部切开。
7. 根据任一权利要求 1 - 6 的方法，其中弹性层由一片超尺寸的弹性料提供，以便被支圈压紧。
8. 根据任一权利要求 1 - 7 的方法，其中弹性层由支圈夹持的一片弹性料提供，所述冲模包括一个空气通道，使得空气进入和排出由弹性料片和冲模之间形成的空腔。
9. 根据任一权利要求 1 - 8 的方法，其中洗涤剂组合物含有 5% - 30% 重量阴离子表面活性剂和 2% - 10% 重量为乙氧基化脂肪醇的非离子表面活性剂。
10. 一种在用于将颗粒洗涤剂组合物压制成片状的压型机的至少一个模件表面上的弹性层的用途，在压制过程中，其表面接触组合物，以便增强水的渗入，其特征还在于弹性层被刚性支圈包围。
11. 根据权利要求 10 的用途，其中弹性层在其周边的厚度至少为 0.3mm，支圈接触横跨宽度为 0.5 - 2.5mm 洗涤剂组合物。
12. 一种压制的颗粒洗涤剂组合物片，其含有 5% - 50% 重量表面活性剂和 5% - 80% 重量洗涤助洗剂，特征在于片的表面在其周边周围有压印。
13. 根据权利要求 12 的片，其中压印的宽度为 0.5 - 2.5mm。
14. 根据权利要求 12 或 13 的片，其中由压印限定的表面每单位面积比压

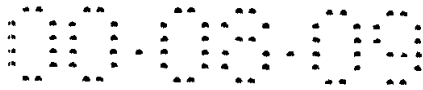


印本身表面的渗透力大。

15. 根据任一权利要求 12-14 的片, 其中压印具有比由压印限定的面积更光滑的表面。

5 16. 根据任一权利要求 12-15 的片, 其中所述片的表面具有 750-4000mm<sup>2</sup> 的表面积, 在所述压印内封闭的所述部分表面是所述表面积的至少 80%。

17. 根据任一权利要求 12-16 的片, 其含有 5% - 30% 重量阴离子表面活性剂和 2% - 10% 重量为乙氧基化脂肪醇的非离子表面活性剂。



## 说明书

### 洗涤剂组合物片

5

本发明涉及用于洗涤织物的片状的洗涤剂组合物。

片状的洗涤剂组合物描述在例如 GB911204( Unilever )和 US3953350 ( Kao )中。它们在西班牙商售。片洗涤剂比粉状产品有几处优点：它们不需要计量，因此更容易控制和分配到洗涤衣物上，和它们是更致密的，因此便于更经济的存放。这些洗涤剂片当洗涤单一载物时，预期完全被消耗。因此当它们加入水中时应当完全分散/溶解。

洗涤剂片通常由压制或压缩包括有机洗涤活性表面活性剂和洗涤助洗剂的洗涤剂粉末来制备。最好洗涤剂片当干燥时具有足够的强度，而当加入洗涤水中时能快速分散和溶解。

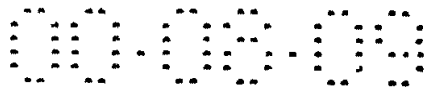
15 可通过使用具有钢模（还称为冲杆）的压型机模压选定量的洗涤剂组合物来制备这种洗涤剂片，所述钢模接触粉末并施加压力，以便将粉末压制成片。这种压型机例如可具有两个在周围轴套中一起运动的冲模，或也在周围轴套中相对一固定的砧座驱动的一个冲模。

20 当制备片时，由于非必要洗涤剂的任何种类的材料，可产生的问题是组合物粘附在钢模件上。材料粘附在模件上是不利的，因为聚集的材料损坏了在模子中压制成形的颗粒表面。这种粘附还干扰了所设置的以便监测和控制施加的压力的机器生产的正常操作。这种粘附问题的传统解决方法是在模件上提供低粘着和低摩擦表面，例如常规非粘性的聚四氟乙烯涂层或施用脱膜剂，例如硬脂酸镁。

25 US-A-3081267 讲授了冲模应当彼此相对旋转，同时压制组合物，以便抑制组合物粘附到冲模上。

30 GB-A-2276345 讲授了模压颗粒，包括压制的洗涤剂粉末片，使用表面上带有一定厚度弹性材料的模件。该文献说明了用厚度至少 0.5mm 的弹性料表面涂层可获得适合的弹性模量。公开了 0.5 - 7mm 范围。示例说明了厚度是大约 4mm，但所示的表面涂层至边沿逐渐减少，没有明显的厚度。

WO97/20028 ( Unilever ) 公开了使用带有薄的弹性料涂层的冲模来模压片，所述涂层的厚度不超过其大部分和总面积上的 0.5mm。这克服了与冲模粘附的问题，并制得了具有光滑表面的片。



在我们 1998 年 10 月 22 日公布的 WO98/46720 中，我们公开了载有较厚弹性料涂层的冲模可导致当片浸渍时提高水向片中的渗透速度，由此加速了片的分散/溶解。

5 相信水的渗透速度提高是因为在冲模上的弹性料层导致片表面比由干净、平滑的用于生产类似强度片的钢冲模得到的片表面更易渗透，和还有略微低的光滑性。

10 根据本发明的第一方面，提供了一种制备用于洗涤织物的洗涤剂组合物的方法，该方法包括在具有一对冲模的模子中压制颗粒洗涤剂组合物，所述的一对冲模彼此可相对或相反移动，至少一个冲模在接触组合物的面上具有弹性表面层（该层优选在其周边具有厚度至少 0.3mm），其中在其上具有弹性层的所述表面的周边被刚性支圈包围。

包围弹性料的刚性支圈优选是与冲模的主体成一整体的金属支圈。该支圈保护了弹性料的边缘，并延长了冲模的工作寿命，因此降低了成本和减少了机器停机。

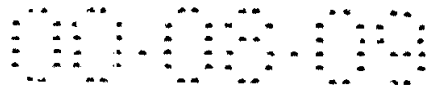
15 在弹性料片周围的刚性支圈装置服从交会的要求。刚性支圈，较好的是金属，是接触洗涤剂组合物的冲模面的一部分。因此组合物会粘附到该支圈上，重新产生要解决的针对弹性料的粘附问题。因此有理由担心若提供弹性料来克服粘附问题，保护弹性料的边沿所作的努力只不过会重新产生粘附问题。

20 若支圈是窄的，就有较小的粘附面积，但若弹性料具有结合到支圈上的显著厚度，则将支圈制备的窄还降低了其机械强度，特别是若弹性料层在邻近支圈的边缘处有不同的厚度。

25 我们发现，窄的支圈，但其宽足以在片中产生可见的压印，就足以适用，即使当在其边缘包围不同厚度的弹性料，也不会重新产生粘附问题。

弹性料可在冲模中就地模压，或用粘合剂保持不动，但本发明中使用的支圈优选还用于保持弹性料片在冲模上的适当位置，使得没必要塑模或粘结就位的弹性料，或使其在无支圈下与不足够强的粘合剂粘结。

30 这大大促进了弹性料层在冲模上的使用，因为弹性料可制备成嵌入件，放入支圈内。当模压片时，弹性料将消耗，但消耗的弹性料可容易地被除去并当需要时用新的嵌入件替代。弹性料嵌入件在其整个面积范



围上优选具有厚度至少 0.3mm，更好至少 0.5 或 1mm。为了有助于保持弹性料，支圈优选是从下部切割。当变换弹性料时，容易替换消耗的弹性料产生了保持短时间停机的优点。

5 冲模可具有单一的其上具有弹性表面层面，在冲模的边缘由刚性支圈包围。还可以想像可将弹性表面层再细分成多个相邻表面，其结合边被共用的支圈部分分开。

在本发明的研制中，弹性层由超尺寸的弹性料片提供，以便被支圈压紧。这种超尺寸的弹性料片从冲模上略微凸起，但当冲模开始与洗涤剂组合物接触时，它会相对冲模被推回去。结果在每次模压操作中，增加了弹性料层表面的运动，这会有助于移动试图粘附到弹性料上的任何洗涤剂组合物颗粒。

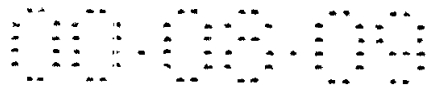
10 由支圈容纳的弹性料片的尺寸可以是这样的：当冲模不与洗涤剂组合物接触时，弹性料凸起足以产生在其自身和冲模间的空腔。通过提供空气通入此空腔的路径，可以从容地引发或产生弹性料和冲模间形成的空腔。在模压操作中，随着冲模与洗涤剂组合物开始接触，这种路径使得空气从空腔中排出。该设备可能包括在弹性料开始与洗涤剂组合物接触前将空气从此空腔中抽出的装置，以便在模压操作中更牢固地将弹性料固定在冲模上。另外，设备可能具有这样的装置：将空气吹入这种空腔中以略微扩张弹性料，同时其不与洗涤剂组合物接触。基于两者，本

20 发明目的是增加弹性料表面在一种位置（当在模压时弹性料相对冲模被推进）和被扩张位置（当其不与洗涤剂组合物接触）之间的移动，由此有助于移动粘附到弹性料表面上的任何颗粒。

本发明适用于用于洗涤织物的压制的洗涤剂组合物片。它们通常含有至少 5% 重量有机表面活性剂与至少 5% 重量洗涤助洗剂。

25 另一方面，本发明提供了在压型机的至少一个模件表面上的弹性层的用途，该弹性层优选厚度大于 0.5mm，所述压型机是将颗粒洗涤剂组合物压制成片状，在压制过程中，其表面接触组合物，以便增强当浸泡时水向片表面的渗入，特征还在于在其上具有弹性层的面被刚性的支圈包围。

30 当模压片时，刚性支圈在弹性料接触的片表面的周围形成了压印。由于由刚性支圈模压的结果，该压印比其包围的表面渗透性差。然而，



在无明显有损于片的溶解/崩解下，这是可接受的，因为该压印的表面积占片总表面积的比例小。

所以，本发明的另一目的是提供用于洗涤织物的被压制的颗粒洗涤剂组合物片，特征在于片的表面周围有压印。

5 通常，由与弹性料接触形成和由压印外切的表面每单位面积比压印自身的渗透性大。该压印可比其包围的表面更光滑。

在压制过程中，接触洗涤剂组合物的支圈面最好具有宽度为至少0.5mm，优选至少1.0mm，但不超过2.5mm。优选该宽度不超过2.0mm。发现1.3-1.9mm范围特别适合。

10 相应地，在片表面的压印宽度最好在0.5mm - 2.5mm范围，优选1.0或1.3 - 1.9或2.0mm。

开始与洗涤剂组合物接触的冲模表面积可在750 - 4000mm<sup>2</sup>。一般，片可以是圆柱形，例如具有半径16 - 35mm，则支圈和由其形成的压印的半径可为0.5-2.5mm。因此压印可占据少于表面积（包括周围的压印）的  
15 20%。

### 组合物

被压制的颗粒组合物可以是各组分颗粒的混合物，但通常包括自身含有混合组分的颗粒。这种含混合组分的颗粒可通过造粒或喷雾干燥工艺来制备并可单独使用或与单一组分的颗粒结合使用。

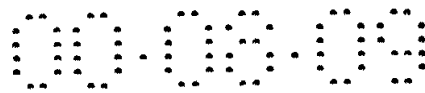
20 洗涤剂组合物通常含有洗涤剂活性物和洗涤剂助洗剂。其他组分是任选的，但通常除了洗涤剂活性物和洗涤剂助洗剂外，还存在一些其他组分。

洗涤剂活性物在片中的含量适宜为2% - 60%重量，优选为5%或8%重量至40% - 50%重量。含有的洗涤剂活性物可以是阴离子型（皂或非皂）、阳离子型、两性离子型、两性型、非离子型或这些的任何组合。  
25

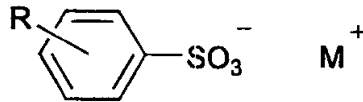
阴离子洗涤剂活性化合物的含量为0.5% - 40%重量，优选2%、4%或5%至30%或40%。

合成的（即非皂）阴离子表面活性剂是本领域技术人员已知的。实例包括烷基苯磺酸盐；烯烃磺酸盐；烷基磺酸盐；二烷基磺基琥珀酸盐和脂肪酸酯磺酸盐。  
30

具有下式的伯烷基硫酸盐：



其中 R 是 8-18 个碳原子，特别是 10-14 个碳原子的烷基或链烯基链， $\text{M}^+$  是增溶性的阳离子，特别是钠，它们在商业上有效的用作阴离子洗涤剂活性物。下式的直链烷基苯磺酸盐也是商业上有效的阴离子洗涤剂活性物：



10 其中 R 是 8-15 个碳原子的直链烷基， $\text{M}^+$  是增溶性的阳离子，特别是钠。

通常，上式的这种直链烷基苯磺酸盐或伯烷基硫酸盐或其混合物是理想的阴离子洗涤剂，并可占组合物中任何阴离子非皂表面活性剂的 75% - 100% 重量。

在本发明的一些形式中，非皂阴离子洗涤剂的量是组合物重量的 0.5% - 15%。

还希望包括一种或多种脂肪酸皂。它们优选是由天然产生的脂肪酸衍生的钠皂，例如由椰子油、牛油、向日葵或硬化菜子油得到的脂肪酸。

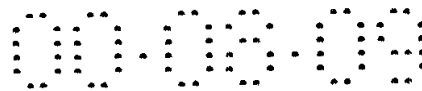
可使用的适合的非离子洗涤剂化合物特别是包括具有疏水基和活性氢原子的化合物，例如脂族醇、酸、酰胺或烷基酚与氧化烯，特别是单独与环氧乙烷或连同环氧丙烷的反应产物。

具体的非离子洗涤剂化合物是烷基 ( $\text{C}_{8-22}$ ) 酚-环氧乙烷缩合物，直链或支链脂族  $\text{C}_{8-20}$  伯或仲醇与环氧乙烷的缩合产物，环氧乙烷和环氧丙烷的共聚物和由环氧乙烷与环氧丙烷和乙二胺的反应产物缩合制备的产物。其他所谓的非离子洗涤剂化合物包括长链氧化胺、叔氧化磷和二烷基亚砷。

特别优选的是伯和仲醇乙氧基化物，特别是每摩尔醇被平均 5-20 摩尔环氧乙烷乙氧基化的  $\text{C}_{10-15}$  伯和仲醇。

在本发明的某些形式中，非离子表面活性剂的量是组合物重量的 2%，更好是 4% 或 5% 至 20%、30% 或 40%。

30 由于许多非离子洗涤剂化合物是液体或低熔点的固体，它们可吸附到多孔载体上。优选的载体包括沸石、过硼酸钠一水合物和 Burkeite (如



EP221776 (Unilever) 中公开的喷雾干燥的碳酸钠和硫酸钠)。

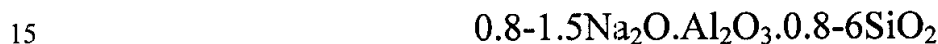
尽管本发明可使用各种洗涤剂组合物,但特别是含有至少 5% 重量阴离子表面活性剂和至少 2% 重量作为非离子表面活性剂的乙氧基化脂肪醇的组合物,例如分别是 5% - 30% 和 2% - 20% 重量,解决了粘附问题。

5 本发明片还包括洗涤助洗剂,这可通过水溶性盐或水不溶性盐来提供。

水溶性助洗剂的实例是三聚磷酸钠、焦磷酸钠和正磷酸钠;可溶性碳酸盐例如碳酸钠;和含有多至 6 个碳原子的有机助洗剂,例如酒石酸钠、柠檬酸钠、羧甲氧基琥珀酸三钠。

10 若使用磷酸盐或聚磷酸盐洗涤助洗剂,其可占总组合物重量的至少 5% 重量,通常至少 10% 重量。

碱金属(优选钠)硅铝酸盐是水不溶性助洗剂。它们可在组合物中的掺入量高达 60% 重量(无水基),其可以是结晶或无定形或其混合物,其具有通式:

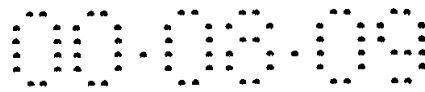


这些物质含有一些结合水,并要求具有钙离子交换容量至少为 50mgCaO/g。优选的硅铝酸钠含有 1.5-3.5 SiO<sub>2</sub> 单元(在上式中)。

20 适合的结晶硅铝酸钠离子交换洗涤助洗剂被描述在例如 GB1429143 (Procter & Gamble) 中。这类优选的硅铝酸钠是公知的可商购的沸石 A 和 X,在 EP384070 (Unilever) 中描述和要求保护的沸石 P,其还称为沸石 MAP,和其混合物。沸石 MAP 可从 Crosfields 以它们注册的沸石 A24 购得。

另一种水不溶性洗涤助洗剂是如 US4664839 中描述的结晶层状硅酸钠。

25 当需要或希望时,还可在洗涤剂组合物中包括其他助洗剂。水溶性助洗剂可以是有机或无机形式。可存在的无机助洗剂包括碱金属(通常钠)碳酸盐;而有机助洗剂包括多羧酸盐聚合物,例如聚丙烯酸盐,丙烯酸/马来酸共聚物和丙烯酸膦酸盐,单体多羧酸盐例如柠檬酸盐、葡萄糖酸盐、氧二琥珀酸盐、甘油单、二和三琥珀酸盐、羧甲氧基琥珀酸盐、  
30 羧甲氧基丙二酸盐、二吡啶甲酸盐、羟乙基亚氨基二乙酸盐;和有机沉淀剂助洗剂例如烷基和链烯基丙二酸盐和琥珀酸盐,和磺化的脂肪酸盐。



特别优选的辅助助洗剂是多羧酸盐聚合物，更特别是聚丙烯酸盐和丙烯酸/马来酸的共聚物，其适宜的用量为 0.5% - 15% 重量，特别是 1% - 10% 重量；和单体多羧酸盐，更具体是柠檬酸和其盐。

5 洗涤助洗剂的总量一般为组合物重量的 5% - 80%。该量可至少为 10% 或 15% 重量，可在高至 50% 或 60% 重量范围内。

根据本发明压制成片的洗涤剂组合物可含有漂白体系。其优选包括一种或多种过氧漂白化合物，例如无机过酸盐或有机过氧酸，其可以与活化剂结合使用以改善低洗涤温度下的漂白作用。若存在一些过氧化合物，其量可能为组合物重量的 1% - 30%。

10 过苯二甲酰亚氨基过己酸和过十二烷酸是有机过氧酸的两个实例。一般，它们的用量为组合物的 1% - 6%。

优选的无机过酸盐是过硼酸钠一水合物和四水合物，和过碳酸钠，它们与活化剂结合使用是有利的。漂白活化剂，还称为漂白剂前体，其已广泛公开在现有技术中。优选的实例包括过乙酸前体，例如四乙酰乙二胺 (TAED)，其现在商业上普遍与过硼酸钠结合使用，和过苯甲酸前体。一般过酸盐的用量为组合物的 5% - 30%，而活化剂为组合物重量的 1% - 10%。

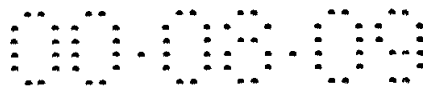
本发明片可含有起促进崩解作用的水溶性材料。优选其是作为颗粒提供，基本上不含有机表面活性剂。

20 一种可能是这种颗粒含有占其自身重量至少 50%，较好是至少 80% 的一种材料，该材料在 100 克 20°C 的去离子水中的溶解度至少为 50 克。这种颗粒可提供含量为片总组合物重量至少 5% 的这样溶解性的材料。

在 20°C 下每 100 克水中溶解至少 50 克的溶解度为高溶解度：被分类为水溶性的许多物质低于此溶解度。

25 可使用的一些高度水溶性的物质被列在下文，它们的溶解度用在 20°C 的 100 克水中，形成饱和溶液的固体克数表示：

<u>物质</u>	<u>水中溶解度 (g/100g)</u>
柠檬酸钠二水合物	72
碳酸钾	112
尿素	>100
乙酸钠	119



乙酸钠三水合物	76
硫酸镁 7H <sub>2</sub> O	71
乙酸钾	>200

5 另一种可能是促进崩解的颗粒中含有占其自身重量至少 50%，最好至少 80% 三聚磷酸钠，其无水相 I 形式超过其重量（按颗粒的重量计）的 50%。相 I 在高温下是稳定的。在高于转变温度下加热时，即约 420 °C，相 II 向相 I 的转化进行得相当快速，而逆向的反应慢。因此，相 I 三聚磷酸钠在室温下亚稳定的。

另外优选的是这种三聚磷酸钠是部分水合的形式。水合量应当占颗粒中三聚磷酸钠重量的至少 1%。其可在 2.5% - 4% 范围。适合的材料是可商购的。供应商包括 Rhone-Poulenc, France 和 Albright & Wilson, UK。

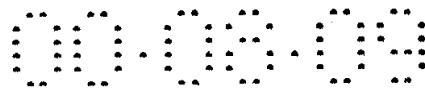
10 总组合物中还可存在其他组分。这些包括羧甲基纤维素钠、着色材料、酶、荧光增白剂、杀菌剂、香料和漂白剂。可包括碱性硅酸盐，但其量或至少作为水溶液加入的量优选受到限制使得在压制之前保持为颗粒混合物。

如在 EP340013A (Unilever)、EP352135A (Unilever) 和 EP425277A (Unilever) 中描述和要求保护的通过在高速混合机/造粒机中造粒和密实  
15 可制备高堆密度颗粒洗涤剂组合物，或在 EP367339A (Unilever) 和 EP390251A (Unilever) 中描述和要求保护的通过连续造粒/密实工艺可制备高堆密度颗粒洗涤剂组合物。

### 形状和强度

20 我们优选制得的片具有圆柱形，其中圆柱体的高度一般低于其直径。对这种片强度的一种测试是使用实验机测定的径向断裂压力 (DFS)，其可与测定的力一起推动表面。该实验是将圆柱形片放在 Instron 万能实验机的压板间进行，以致压板在片直径的两端接触圆柱体的曲面。然后沿径向方向，适当地以缓慢的速度例如 1cm/分钟彼此相对推动机器的压板来压制样品片，直至发生片的断裂，记录此时引起断裂所需的施加力。  
25 然后由以下等式计算径向断裂应力：

$$\delta_{\circ} = \frac{2P}{\pi Dt}$$



其中  $\delta_0$  是径向断裂应力 (Pa), P 是引起破裂的施加载重 (N), D 是片直径 (M), t 是片厚度 (M)。

5 对于任何给定的片组合物, 片强度与用占总体积的百分数表示的空气体积呈相反变化。若片的形状不是圆柱形, 它们的径向断裂应力被定义为具有相同组成和空气体积百分数的圆柱片的径向断裂应力。

10 当用足够压力压制片获得至少 8KPa, 更好是至少 10KPa, 优选不超过 60KPa 的径向断裂应力或等价的参数时, 本发明证实了是特别适用的。不超过 25 或 30KPa 的数值通常就足够。我们发现由压片机提供的适合的

15 压力在 3 - 60MPa 宽范围内, 优选 4.5 - 35MPa。可以想像, 但不是优选, 弹性表面层和周围的支圈可在一对冲模中的一个冲模上提供或在面对单一冲模的固定对立件上而不是在冲模上提供。这种排布预期产生不对称的片, 其中一个面比相对的面更易渗透。这还提供了增强水向片渗透的优点, 即使通过一个而不是两个面。

### 15 弹性料

优选在一个或多个冲模上的弹性料表面层在其周边处或整个总面积处的厚度至少为 300  $\mu\text{m}$ , 更好是至少 400  $\mu\text{m}$ , 或至少 500  $\mu\text{m}$ 。若作为嵌入件提供, 弹性料优选在其周边或其整个总面积处的厚度至少为 1mm。

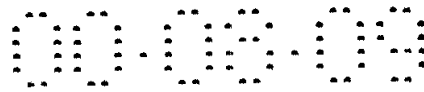
20 弹性料是可形变的聚合物, 但经释放变形力其会返回至大约它们初始的尺寸和形状。一般, 它们是具有长柔性链的聚合物, 在链之间有一些交联以便形成交联的网状结构。该网状结构限制了大分子链分子的移动, 结果在形变后快速恢复。

25 “术语”弹性包括在 ISO (国际标准化组织) 1982 中定义为“弹性料”或“橡胶”的物质。在根据本发明的“弹性”物质的定义中还包括热塑性弹性料和弹性料、热塑性弹性料和橡胶的共聚物和混合物。

在低温下, 通常较好是低于 0°C, 弹性料是硬和脆的。然后随着温度的提高, 弹性料在软化后通过橡胶相并保持其弹性和弹性模量, 直至达到其分解温度。当然该物质在压型机的操作温度下应当处于它的橡胶态。

30 优选根据本发明的弹性料选自美国测试和材料协会 D1418 中描述的那些类型, 其包括:

1. 不饱和碳链弹性体 (R 类), 包括天然橡胶和丁二烯丙烯腈共聚物, 例



如从 Bayer 得到的“Perbunan”。

2.饱和碳链弹性体（M类），包括乙烯-丙烯型，例如从 DuPont 得到的“Nordel”和含有氟的类型，例如从 DuPont 得到的“Viton”。

3.取代的硅氧烷弹性体（Q类），例如从 Dow Corning 得到的。

5 4.在聚合物链中含有碳、氮和氧的弹性体（U类），例如从 Belzona 得到的聚氨基甲酸乙酯。

其他物质例如填料可掺入弹性料中，以改善其机械和加工性质。添加填料的效果取决于弹性料和填料之间的机械和化学相互作用。

10 填料可用于改善例如耐磨性。适合的填料包括炭黑；二氧化硅；硅酸盐和有机填料例如苯乙烯或酚类树脂。其他任选的添加剂包括摩擦改善剂和抗氧化剂。

弹性嵌入件优选是通过在一单独的模子中塑模弹性料制备。塑模弹性料成形的技术是公知的。

弹性嵌入件可从弹性料片上切下，但这不太优选。

## 15 孔隙度

压制颗粒的步骤降低了组合物的孔隙度。孔隙度通常用空气体积的百分数表示。

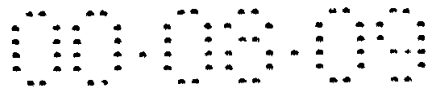
20 片中的空气量可由片的体积和重量计算，条件是固体物的无空气密度是已知的。后者的测定可通过在具有非常高施加力的真空下压缩材料样品，然后测定得到的固体的重量和体积。

片中空气量的百分数与压制该组合物成片所施加的压力呈相反变化，而片的强度随着压制它们成片所施加的压力而变。因此，压制的压力越大，片强度越高，但其内的空气体积越小。

25 当压制颗粒洗涤剂组合物以产生具有宽范围孔隙度的片时，本发明也适用。在可能的孔隙度范围中具体包括的孔隙度为片体积的 17% 或 20%，更好是 25% 至 35% 空气。

本发明片可具有孔隙度和表面渗透性，当部分浸泡使得片表面的四分之三与水接触时，使得片中至少 65% 的空隙空间在 30 秒内被水填满。  
水吸收

30 可通过部分浸泡润湿片的实验来评定水可向片中渗透的速度，其表明是否内孔隙向通过可渗透表面层的外部敞开。



以下步骤是适合的:

称重片, 然后放到容器内的一个金属丝网支架上, 该支架大于片。  
(与如果片简单地放置在容器底部的情况相比, 该金属丝网支架暴露了更多的片表面)。将溶解了有色墨水或染料的去矿化水倒入容器中, 直至其覆盖片表面的四分之三。30 秒钟后, 将片从水中提出, 放置 5 秒钟以使水从其表面排掉并再称重。当然片重量的增加就是吸收的水重量, 并测定水通过毛细作用吸收的速度。则水的此体积用片中空气体积的百分数表示。

肉眼观察未浸泡在水中的片部分。若片内的空隙空间已被水完全填满 (或几乎完全填满), 则片的此部分将被水中的染料染色。若水没有完全渗入到片中, 片的浸泡面将被染料染色, 但保持干燥的面部分还保持无染料。

图 7 说明了此实验对圆柱形片的应用, 该片的半径为 22cm, 高为 20cm。

使用圆柱形器皿 3。切割一片金属丝网, 孔径宽 0.5cm, 并形成制得器皿中的座 2。称重用于实验的片 4 并放置使得一个平滑面支撑在该座上。将含有痕量黑墨水的水倒入器皿中, 几乎达到水平 6 处, 非常接近片的上平滑面 8。该面大约占片表面的 25% 并保持与空气接触。

一段时间后, 通常 30 秒钟, 取出片, 使之排水, 并再称重以测定吸收的水重量。(定性说明, 若片内的空隙没有完全被水填满, 在片的面 8 中心的圆圈保持片原有的白色, 而片的其余部分具有墨水的黑色)。

对于部分浸泡, 可以用多于一个方位支撑片。若如此, 发现给出吸收水最大的方位应适合于该润湿实验。

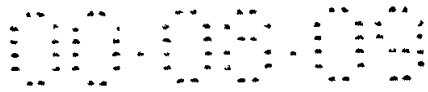
在实施中, 片润湿的程度受与水接触的表面百分数的变化影响不大, 以致无论在哪里当由水覆盖的片表面的百分数为 70% - 80% 时, 可得到有用的结果。

在该实验中, 最好片中空隙空间的至少 65%, 更好至少 80% 在 30 秒内被水填满。

### 影响孔隙度和润湿的因素

如上述, 片的孔隙度, 即它们的空气体积与压制组合物成片所施加的压力呈相反变化, 而片的强度随压力变化。





以预安装到支圈 30 内的空间中，以便通过从下切割的支圈 30，在无粘合剂下，其附着在表面 28 上并被保持。嵌入件 36 的边缘紧紧靠近支圈 30 的面 32。

5 使用这种冲模在模压片的过程中，弹性料嵌入件将慢慢消耗。当需要时，可容易地用新嵌入件替换它们。

当模压片时，它们的圆柱形面由套管 10 来确定。可略成半球形隆起的它们的端面 37 将由在冲模 12 和 14 中的弹性料嵌入件 36 来确定。在每个端面 37 的周边，刚性支圈 30 将产生如图 4 所示的小压印 39。其只占据端面 37 表面积的一小部分。由于此原因，由刚性支圈 30 而不是弹性料 36 的压力引起的低渗透性将对片在使用时的吸水、然后崩解的速度有微不足道的影响。

15 图 6 说明了一种变化方案。用弹性料 40 的两个 D-形片代替支圈 30 内的弹性料 36 的单一圆片。它们的相邻直边靠近条 42，该条径向延伸跨过冲模的表面。该条的暴露面与周边支圈 36 的暴露面水平，其在每个端处相连。该条在两侧从下部切割。因此，弹性料的每个 D-形片由支圈 30 周边的一半加上条 40 构成的支圈包围。

20 图 8 说明了尺寸略大的弹性料片的应用。图 8 表明当弹性料不与洗涤剂组合物接触时，其松弛的状态。弹性料片 36 略嫌太大不能固定在支圈 30 限定的空间内。因此当其被固定在支圈内时，其略被向内压制，如图 8 所示，这使得其倾向于从冲模 12 向外略微凸起。如图 8 所示，这在弹性料 36 后产生了小空腔 50。当使用冲模压制洗涤剂组合物成片时，压力推动弹性料片 36 相对冲模 12 后退，以致其保证了如图 2 所示的位置。

25 为了促进弹性料片在如图 8 所示的扩张位置和如图 2 所示的相对冲模牢固的位置之间的移动，冲模由所示的空腔 50 导致形成了小的空气通道 52 并允许空气进入和离开此空腔。

有可能将此性质的空气通道与将空气从空腔中吸出的泵连接，由此保持弹性料片在适宜位置，或与将空气输送到空腔中的泵连接，由此促进弹性料片 36 的扩张，同时其不与正被模压成片的洗涤剂组合物接触。

### 实施例 1

制备具有以下组合物洗涤剂粉:

造粒的组分	% 重量
椰油伯烷基硫酸盐	1.4
椰油醇 3EO	7.6
椰油醇 6EO	4.8
沸石 A24	29.3
皂	2.9
羧甲基纤维素钠	0.8
碳酸钠	0.3
水	5.3
后配料组分	
PEG 1500	4.3
过碳酸钠 (涂覆了硼硅酸盐)	19.5
TAED 颗粒	4.2
香料	0.6
消泡剂、荧光剂和重金属螯合剂	4.0
柠檬酸钠	15.0

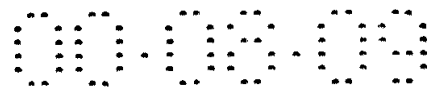
5 将列为“造粒组分”的物质在 Fukae (商标) FS-100 高速混合 - 造粒机中进行混合。(也可使用连续造粒设备, 同样可使用用于间歇造粒的其他设备)。皂是通过用氢氧化钠中和脂肪酸就地制备。混合物被造粒并密实, 得到堆密度大于 750g/l 和平均粒度约为 650  $\mu\text{m}$  的粉末。

10 筛分该粉末, 除去小于 180  $\mu\text{m}$  的细颗粒和超过 1700  $\mu\text{m}$  的大颗粒。然后将其余的固体与该粉末在旋转混合机中进行混合, 之后喷上香料, 接着喷上 PEG。在约 80 $^{\circ}\text{C}$  下将 PEG 喷到约 22 - 26 $^{\circ}\text{C}$  的粉末 (略高于室温, 因为在造粒过程中摩擦产热) 中。

通过压制 50g 洗涤剂粉末制剂制备洗涤剂片。该片具有直径 4.5cm 和厚度大约 2.5 - 3.1cm 的圆形横截面。

使用如附图 2 - 4 所示的冲杆压制洗涤剂粉末, 制备具有径向断裂压力为约 12KPa 的片。

### 15 实施例 2



制备用于洗涤织物的片，用以下组合物的喷雾干燥的基粉作为原料：

组分	重量份数
直链烷基苯磺酸钠	11.0
C <sub>13-15</sub> 脂肪醇 7EO	2.4
C <sub>13-15</sub> 脂肪醇 3EO	2.3
三聚磷酸钠*	18.0
硅酸钠	4.0
皂	0.21
丙烯酸盐/马来酸盐共聚物	1.5
硫酸钠、水分和辅助组分	平衡至 45

\*作为无水三聚磷酸钠加入料浆中，其含有至少 70% 相 II 形式。

然后将该粉末与下表中所列的其他组分混合。这些包括三聚磷酸钠颗粒，其规定含有 70% 相 I 形式和含有 3.5% 水合水（从 Rhone-Poulenc 得到的 Rhodia-Phos HPA3.5）。

5

组分	% 重量
基粉	45
过碳酸钠颗粒	15
TAED 颗粒	3.4
消泡剂颗粒	3.2
香料、酶和其他辅助组分	3.5
Rhodiaphos HPA3.5 三聚磷酸盐	30
碳酸钠	-

将 40g 部分该颗粒组合物制备成直径 44mm 的圆柱形片，使用自动化工业模压机，每小时约 4000 片。该压型机装有冲杆，在周边支圈内具有厚度约 2mm 弹性料嵌入件，通常参照图 2-4 描述和说明的。

10

固定压型机，施加大约 10KN 的压力，相当于约 6 或 7MPa 压力，其足以产生具有径向破裂应力为约 25KPa 的片。

已发现该压型机可运行几小时，而没有明显量的洗涤剂组合物粘附到冲杆上。

### 实施例 3

制备用于洗涤织物的片，用以下组合物造粒的基粉作为原料：

	% 重量
椰油烷基硫酸盐	20.33
非离子洗涤剂 (C <sub>13-15</sub> 脂肪醇 7EO)	11.09
皂	3.60
沸石 A24	42.42
羧甲基纤维素钠	1.68
碳酸钠	5.11
柠檬酸钠二水合物	6.37
水和其他辅助组分	9.4

将该粉末与下表的其他洗涤剂组分混合。

	% 重量
基粉	50.0
过硼酸盐一水合物	11.2
TAED (83% 活性) 颗粒	4.35
膦酸盐	0.60
碳酸钠	2.0
二硅酸钠 (80%)	3.7
消泡剂颗粒	2.5
荧光剂颗粒 (15% 活性)	1.0
丙烯酸盐马来酸盐共聚物	1.0
酶	0.74
香料	0.45
乙酸钠三水合物	22.5

得到的组合物使用通常如图 2-4 描述和示例说明的装有冲杆的压型机制成片。为了模压这些片，设定压型机提供约 25KN 的力，以便压力大约为 15-17MPa，导致产生具有径向破裂应力为 30-45KPa 的片。

说明书附图

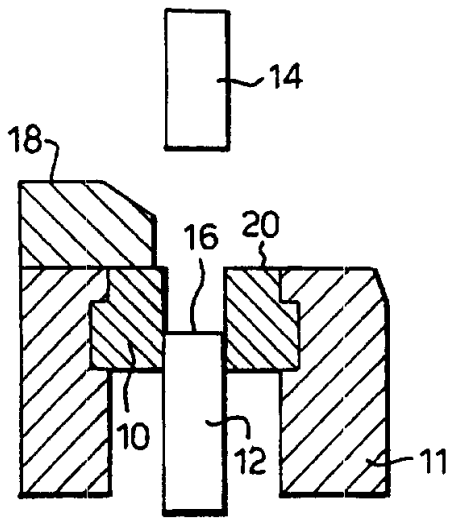


图 1

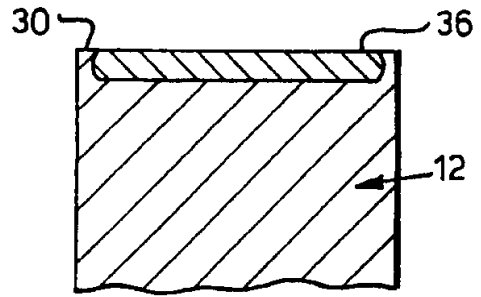


图 2

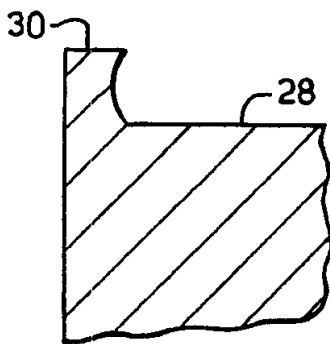


图 3

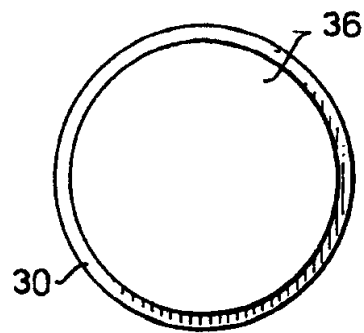


图 4

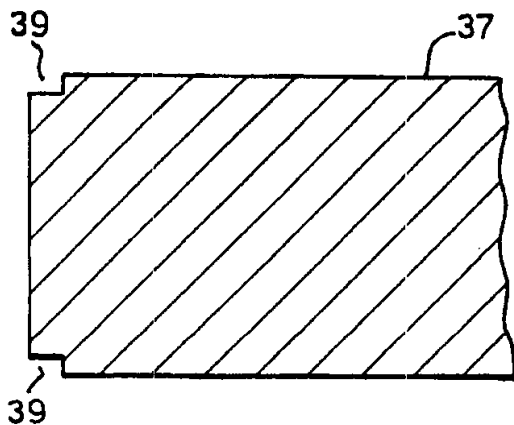


图 5

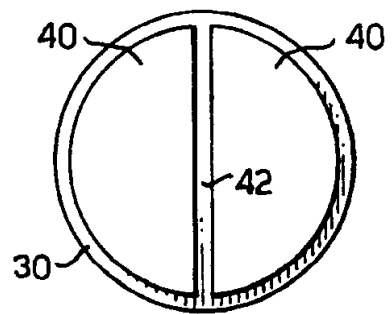


图 6

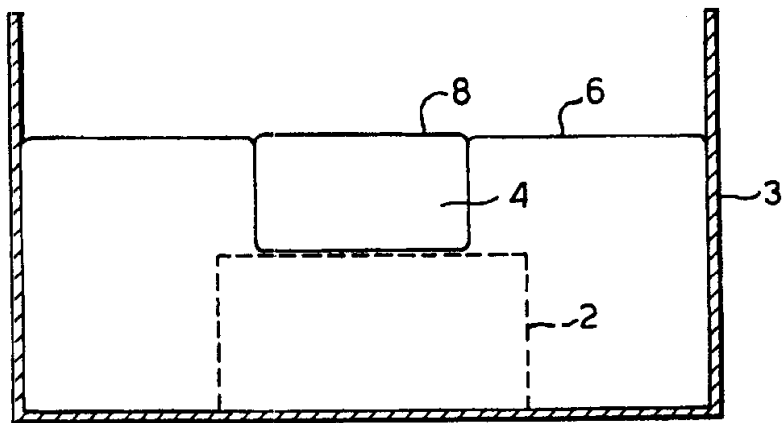


图 7

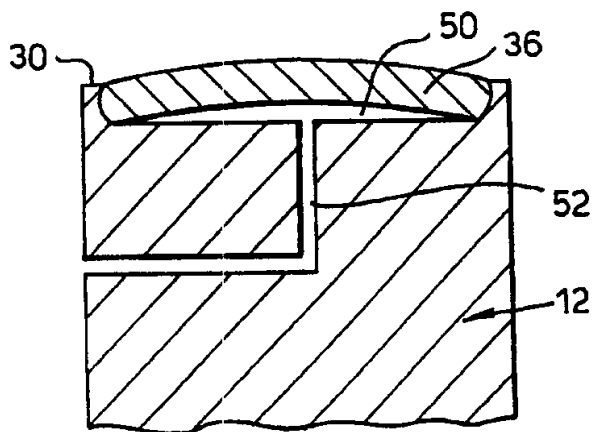


图 8