

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2012-107165
(P2012-107165A)

(43) 公開日 平成24年6月7日(2012.6.7)

| | | |
|--------------------------------------|---------------|-------------|
| (51) Int.Cl. | F 1 | テーマコード (参考) |
| C 1 1 D 11/04 (2006.01) | C 1 1 D 11/04 | 4 H 0 0 3 |
| C 1 1 D 11/02 (2006.01) | C 1 1 D 11/02 | |
| C 1 1 D 1/22 (2006.01) | C 1 1 D 1/22 | |
| C 1 1 D 1/14 (2006.01) | C 1 1 D 1/14 | |
| C 1 1 D 1/28 (2006.01) | C 1 1 D 1/28 | |
| 審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 22 頁) 最終頁に続く | | |

| | | | |
|-----------|------------------------------|----------|------------------------|
| (21) 出願番号 | 特願2010-259028 (P2010-259028) | (71) 出願人 | 000000918 |
| (22) 出願日 | 平成22年11月19日 (2010.11.19) | | 花王株式会社 |
| | | | 東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号 |
| | | (74) 代理人 | 100095832 |
| | | | 弁理士 細田 芳徳 |
| | | (72) 発明者 | 山口 将寛 |
| | | | 和歌山市湊1334番地 花王株式会社研究所内 |
| | | (72) 発明者 | 中山 高志 |
| | | | 和歌山市湊1334番地 花王株式会社研究所内 |
| | | (72) 発明者 | 割田 浩章 |
| | | | 和歌山市湊1334番地 花王株式会社研究所内 |
| 最終頁に続く | | | |

(54) 【発明の名称】 洗剤粒子群の製造方法

(57) 【要約】

【課題】流動性が良好で且つ分級が抑制された中低嵩密度の洗剤粒子群の製造方法であって、使用する噴霧乾燥粒子比率を低減することが可能な製造方法を提供すること。さらに、洗剤粒子群を収率良く且つ低粗粒率で提供すること。

【解決手段】工程(A)：陰イオン界面活性剤を含有するスラリーを噴霧乾燥して、陰イオン界面活性剤を粒子中に5～40質量%含む粒子(A)を調製する工程；工程(B)：洗剤用粉体原料を容器回転型混合機を用いて造粒して粒子(B)を調製する工程であって、陰イオン界面活性剤及び/又はその前駆体を、多流体ノズルを用いて該容器回転混合機内に添加して粒子(B)を調製する工程；並びに工程(C)：粒子(A)と粒子(B)とを混合する工程、を含む、洗剤粒子群の製造方法。

【選択図】なし

【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

工程 (A) : 陰イオン界面活性剤を含有するスラリーを噴霧乾燥して、陰イオン界面活性剤を粒子中に 5 ~ 40 質量% 含む粒子 (A) を調製する工程、

工程 (B) : 洗剤用粉体原料を容器回転型混合機を用いて造粒して粒子 (B) を調製する工程であって、陰イオン界面活性剤及び / 又はその前駆体を、多流体ノズルを用いて該容器回転混合機内に添加して粒子 (B) を調製する工程、並びに

工程 (C) : 粒子 (A) と粒子 (B) とを混合する工程、
を含む、洗剤粒子群の製造方法。

【請求項 2】

粒子 (A) の配合量が、粒子 (A) と粒子 (B) の合計質量の 20 ~ 70 質量% である、請求項 1 に記載の製造方法。

【請求項 3】

工程 (B) で用いられる陰イオン界面活性剤及び / 又はその前駆体が、直鎖アルキルベンゼンスルホン酸、アルキル硫酸、ポリオキシエチレンアルキル硫酸、 α -オレフィンスルホン酸、脂肪酸エステルスルホン酸及びそれらの塩からなる群より選択される 1 種以上である、請求項 1 又は 2 に記載の製造方法。

【請求項 4】

多流体ノズルが 2 流体ノズルである、請求項 1 ~ 3 のいずれか一項に記載の製造方法。

【発明の詳細な説明】**【技術分野】****【0001】**

本発明は洗剤粒子群の製造方法に関し、より詳細には、噴霧乾燥機を用いて調製した粒子及び容器回転型混合機を用いて調製した粒子を含む洗剤粒子群の製造方法に関する。

【背景技術】**【0002】**

現在、市販されている洗剤には、大きく分けて高嵩密度型洗剤 (600 g/L より大きい)、中高密度型洗剤 (400 ~ 600 g/L)、低嵩密度型洗剤 (250 g/L 以上 400 g/L 未満)、液体洗剤等がある。例えば、日本においては高嵩密度型洗剤が多く使用されているが、アジア・オセアニアや欧州等においては、中低嵩密度型洗剤の需要も多い。

【0003】

低嵩密度型洗剤においては、その製造方法としては、陰イオン界面活性剤及びその他ビルダーをスラリー配合し、噴霧乾燥によって製造する方法が挙げられる。一方、高嵩密度型洗剤においては、陰イオン界面活性剤及びその他ビルダーをスラリー配合して噴霧乾燥した後、高嵩密度化処理して製造する方法が提案されている。

【0004】

中高密度洗剤においては、陰イオン界面活性剤及びその他ビルダーをスラリー配合して噴霧乾燥して低嵩密度の噴霧乾燥粒子を調製した後、その噴霧乾燥粒子と予め得られた高嵩密度化粒子を混合して中高密度化する方法 (特許文献 1 参照) 等が挙げられる。

【0005】

近年、省エネルギーや環境負荷低減の観点から噴霧乾燥粒子を出来るだけ少なくしつつ中低嵩密度の洗剤を製造する方法が求められている。特許文献 1 に記載される製造方法では、高嵩密度粒子を混合しており、中低嵩密度の洗剤を製造するには噴霧乾燥粒子比率が高くなってしまいう課題がある。更に、特許文献 1 に記載される製造方法では輸送における分級を抑制する効果は見られるものの、製品の流動性にはいまだ不満の残るものであった。

【先行技術文献】**【特許文献】****【0006】**

10

20

30

40

50

【特許文献1】特開2008-63419

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

従って本発明の課題は、流動性が良好で且つ分級が抑制された中低嵩密度の洗剤粒子群の製造方法であって、使用する噴霧乾燥粒子比率を低減することが可能な製造方法を提供することである。さらに、本発明の課題は、洗剤粒子群を収率良く且つ低粗粒率で提供することである。

【課題を解決するための手段】

【0008】

即ち、本発明の要旨は、

工程(A)：陰イオン界面活性剤を含有するスラリーを噴霧乾燥して、陰イオン界面活性剤を粒子中に5～40質量%含む粒子(A)を調製する工程、

工程(B)：洗剤用粉体原料を容器回転型混合機を用いて造粒して粒子(B)を調製する工程であって、陰イオン界面活性剤及び/又はその前駆体を、多流体ノズルを用いて該容器回転混合機内に添加して粒子(B)を調製する工程、並びに

工程(C)：粒子(A)と粒子(B)とを混合する工程、を含む、洗剤粒子群の製造方法、に関するものである。

【発明の効果】

【0009】

本発明の洗剤粒子群の製法により、使用する噴霧乾燥粒子比率が低減された流動性が良好で分級が抑制された中低嵩密度の洗剤粒子群を収率良く且つ低粗粒率で得ることが出来る。

【発明を実施するための形態】

【0010】

本発明の特徴の一つは、

工程(A)：陰イオン界面活性剤を含有するスラリーを噴霧乾燥して、陰イオン界面活性剤を粒子中に5～40質量%含む粒子(A)を調製する工程、

工程(B)：洗剤用粉体原料を容器回転型混合機を用いて造粒して粒子(B)を調製する工程であって、陰イオン界面活性剤及び/又はその前駆体を、多流体ノズルを用いて該容器回転混合機内に添加して粒子(B)を調製する工程、並びに

工程(C)：粒子(A)と粒子(B)とを混合する工程、を含む、洗剤粒子群の製造方法を用いて洗剤粒子群を得ることである。

【0011】

一般に、容器回転型混合機を用いた造粒においては、粉体を均一に流動せしめることが可能であり、更に、回転による粒子の持ち上げ及び自重による滑り・落下を伴う混合機構の為、粉体に加えられるせん断力が抑制される。そのため、かかる混合機を用いた造粒方法は非圧密な造粒方法とすることができる。また、陰イオン界面活性剤及び/又はその酸前駆体(本明細書中、「陰イオン界面活性剤及び/又はその酸前駆体」を「成分C」と表記している箇所がある。)は、粉体と接触した際の粘着性が強くないと造粒が進行しないために、粉体と接触した際に粘着性が発現する必要がある。このような成分Cを容器回転型混合機に一般的な供給方法である一流体ノズルや配管にて供給すると、供給される液体成分を混合機内で均一に分散させにくく、局在的に発生する大きな液塊により粗大粒子が形成されやすいという課題があった。

【0012】

そこで、2流体ノズル等の多流体ノズルを用いて、粉体と接触した際に粘着性を発現する成分Cを噴霧することによって容器回転型混合機内に供給したところ、意外にも、粗大粒子の形成を抑制しつつ均一に造粒できることが分かった。これは、成分Cを多流体ノズルを用いてあらかじめ微細な液滴とすることにより、容器回転型混合機内であっても成分Cの高分散が達成でき、粗大粒子を形成する大きな液塊が発生しないためと考えられる。

10

20

30

40

50

従って、粉体と接触した際に粘着性を発現する成分Cを多流体ノズルを用いて容器回転型混合機内に添加することも、本発明の特徴の一つである。

【0013】

このように、本発明においては、容器回転型混合機と多流体ノズルとを組み合わせ採用することで、それぞれ単独で使用する場合には予期できない、陰イオン界面活性剤を高比率で含有する中高密度の粒子が得られ、更にその粒子と噴霧乾燥粒子を混合することで、流動性が良好な中低高密度洗剤を低い噴霧乾燥粒子比率で得られるという効果が奏される。

【0014】

以下、本発明の製造方法の一例としての態様について、より詳細に説明する。

10

【0015】

本発明において、洗剤粒子とは界面活性剤及びビルダー等を含有する粒子であり、洗剤粒子群とはその集合体を意味する。洗剤組成物とは、洗剤粒子群を含有し、所望により洗剤粒子群以外に別途添加された洗剤成分（例えば、ビルダー顆粒、蛍光染料、酵素、香料、消泡剤、漂白剤、漂白活性化剤等）を含有する組成物を意味する。

【0016】

A．洗剤粒子群の製造方法

<工程(A)>

工程(A)は、陰イオン界面活性剤を含有するスラリーを噴霧乾燥して、陰イオン界面活性剤を粒子中に5～40質量%含む粒子(A)（噴霧乾燥粒子）を調製する工程である。粒子(A)の嵩密度は、噴霧乾燥粒子の比率を低減して中低高密度の洗剤粒子群を得る観点から、200～600g/Lが好ましく、200～550g/Lがより好ましく、200～500g/Lが更に好ましい。粒子(A)の全粒の平均粒径は、溶解性の観点から、150～500μmが好ましく、200～400μmがより好ましく、200～350μmが更に好ましい。粒子(A)の流動性は、混合機への投入の容易さの観点から、4～12秒が好ましく、4～10秒がより好ましく、4～8秒が更に好ましい。粒子(A)の安息角は、混合機への投入の容易さや粒子のブリッジングのしにくさの観点から、20～55°が好ましく、25～50°がより好ましく、30～50°がさらに好ましい。以下に本発明に用いられる各成分について説明する。

20

【0017】

30

1．陰イオン界面活性剤

陰イオン界面活性剤としては一般的に使用されているものを用いることができる。例えば、直鎖アルキルベンゼンスルホン酸塩、 α -オレフィンスルホン酸塩、アルキル硫酸塩、ポリオキシエチレンアルキル硫酸塩、脂肪酸エステルスルホン酸塩等が挙げられる。このような陰イオン界面活性剤は一成分のみを用いても良く、二成分以上を組み合わせ用いても良い。また、対イオンとしては、アルカリ金属が好ましく、特にナトリウムが好ましい。中でも、経済性、熱安定性及び泡立ちの観点からは直鎖アルキルベンゼンスルホン酸ナトリウム、アルキル硫酸ナトリウムが好ましい。

【0018】

40

前記陰イオン界面活性剤の添加方法としては、その酸前駆体をスラリー中に添加し、別途スラリーに添加された水酸化ナトリウム水溶液等により、その酸前駆体をスラリー中で中和するという方法でもよく、予め中和した陰イオン界面活性剤をスラリー中に添加するという方法でもよい。

【0019】

前記陰イオン界面活性剤をスラリー中に含有させることで、得られる噴霧乾燥粒子の嵩密度を低下させることが可能となる。陰イオン界面活性剤のスラリーへの添加量は、得られる噴霧乾燥粒子中において5質量%以上となる量が好ましく、10質量%以上となる量がより好ましく、15質量%以上となる量が更に好ましい。また、陰イオン界面活性剤の熱安定性やエネルギー効率の観点から、当該添加量は40質量%以下となる量が好ましく、35質量%以下となる量がより好ましい。

50

【0020】

本発明における噴霧乾燥粒子に必須の成分としては、陰イオン界面活性剤のみであるが、洗浄性能、粒度分布及び粒子強度の観点から、必要に応じて適宜、洗剤組成物に通常使用されている他の成分を噴霧乾燥粒子中に含有させることができる。例えば、その他の成分としては、水溶性固体アルカリ無機物質、キレート剤、水溶性無機塩、水溶性ポリマー、水不溶性賦形剤、非イオン界面活性剤、その他の補助成分等が挙げられるが、中でも、水溶性固体アルカリ無機物質、キレート剤、水溶性無機塩及び/又は水溶性ポリマーを配合することが好ましい。かかるその他成分は、陰イオン界面活性剤と同じくスラリーに添加することによって、噴霧乾燥粒子に配合される。その他の成分のスラリーへの添加量は特に限定されるわけではなく、得られる噴霧乾燥粒子中の陰イオン界面活性剤及び水分の占める量の残量となる。その他の成分のスラリーへの添加量は、得られる噴霧乾燥粒子中において45～94質量%が好ましい。以下に、その他の成分の具体例を説明する。

10

【0021】

2. 水溶性固体アルカリ無機物質

水溶性固体アルカリ無機物質とは、常温(20)で固体状のアルカリ無機物質であり、該水溶性固体アルカリ無機物質としては、特に規定はないが、例えば、水酸化ナトリウム、炭酸ナトリウム、炭酸水素ナトリウム、炭酸カリウム、ケイ酸ナトリウム等を挙げることができる。中でも洗濯液中で好適なpH緩衝領域を示すアルカリ剤として炭酸ナトリウムやケイ酸ナトリウムが好ましい。

20

【0022】

3. キレート剤

キレート剤は、金属イオンによる洗浄作用阻害を抑制する為、噴霧乾燥粒子に配合することができ、その例としては、水溶性キレート剤及び水不溶性キレート剤があり、複数のキレート剤を同時に配合することも可能である。

【0023】

水溶性キレート剤としては、特に規定はないが、例えばトリポリリン酸塩、オルトリン酸塩、ピロリン酸塩等が使用可能である。又、対イオンとしては、アルカリ金属塩が好ましく、特にナトリウム及び/又はカリウムが好ましい。

【0024】

水不溶性キレート剤については、金属イオン封鎖能向上及び噴霧乾燥粒子の強度向上を目的に添加しても良いが、例えば結晶性又は非結晶性アルカリ金属アルミノケイ酸塩(ゼオライト)が挙げられ、金属イオン封鎖能及び経済性の点でA型ゼオライトが好ましい。水中での分散性の観点から、粒子の平均粒径が0.1～20µmのものが好ましく、0.5～10µmのものがより好ましい。

30

【0025】

4. 水溶性無機塩

水溶性無機塩は、洗濯液のイオン強度を高め、皮脂汚れ洗浄等の効果を向上させる為、噴霧乾燥粒子に配合することが好ましい。該水溶性無機塩としては、例えばイオン解離度の高い硫酸ナトリウム、塩化ナトリウム、亜硫酸ナトリウム、硫酸カリウムが好ましい。又、洗剤粒子群の溶解速度向上の観点からは硫酸マグネシウムの併用も有効である。

40

【0026】

5. 水溶性ポリマー

金属イオン捕捉能、泥汚れ分散能等の効果を持つ水溶性ポリマーを配合することも好ましい。例えば、ポリエチレングリコール、カルボン酸ポリマー、カルボキシメチルセルロース、可溶性澱粉、糖類等が挙げられる。中でも金属イオン封鎖能、固体汚れ、粒子汚れ等の分散能及び再汚染防止能の観点から、質量平均分子量が5000～20000のポリエチレングリコール、質量平均分子量が数千～10万のカルボン酸ポリマーが好ましく、特にアクリル酸-マレイン酸コポリマーの塩とポリアクリル酸塩が好ましい。

【0027】

6. 水不溶性賦形剤

50

水不溶性賦形剤としては、水中での分散性良好で、洗浄力に悪影響を与えない物質であれば特に規定はない。例えば二酸化ケイ素、水和ケイ酸化合物、パーライト、ベントナイト等の粘土化合物等が挙げられる。水中での分散性の観点から、一次粒子の平均粒径が0.1~20 μm のものが好ましく、0.5~10 μm のものがより好ましい。

【0028】

7. 水分

噴霧乾燥粒子中の水分としては、噴霧乾燥粒子の粒子強度の観点から噴霧乾燥粒子中の15質量%以下が好ましく、エネルギー効率の観点から0.5質量%以上が好ましい。

【0029】

8. その他補助成分

蛍光染料、顔料、染料等を噴霧乾燥粒子中に配合してもよい。

【0030】

以上の各成分を添加、混合したスラリーを噴霧乾燥することで、本発明に用いられる噴霧乾燥粒子を得ることができる。なお、スラリーの水分量や噴霧乾燥条件については、特に限定はない。日本国特許庁発行の例えば周知慣用技術集(衣料用粉末洗剤)に記載の製造方法にて噴霧乾燥粒子を得ることができる。

【0031】

<工程(B)>

工程(B)は、容器回転型混合機及び多流体ノズルを用いて、造粒物である粒子(B)を調製する工程である。即ち、洗剤用粉体原料が投入された該容器回転混合機内に、多流体ノズルを用いて成分Cを添加することにより、粒子(B)を調製する。

【0032】

粒子(B)の嵩密度は400~650g/Lが好ましく、420~620g/Lがより好ましく、440~600g/Lが更に好ましい。粒子(B)の嵩密度は噴霧乾燥粒子の比率を低減する観点から、また輸送時の分級抑制の観点から650g/L以下が好ましく、620g/L以下がより好ましく、600g/L以下が更に好ましく、輸送コストの観点から400g/L以上が好ましく、420g/L以上がより好ましく、440g/L以上が更に好ましい。粒子(B)の平均粒径は、溶解性や粉立ちの観点から、150~700 μm が好ましく、180~650 μm がより好ましく、200~600 μm が更に好ましい。粒子(B)の流動性は、混合機への投入の容易さの観点から、4~12秒が好ましく、4~10秒がより好ましく、4~8秒が更に好ましい。粒子(B)の安息角は、混合機への投入の容易さ、また粒子のブリッジングのしにくさの観点から、20~60°が好ましく、25~55°がより好ましく、30~50°が更に好ましく、35~45°が更に好ましい。粒子(B)の造粒収率としては、85~100%が好ましく、90~100%がより好ましく、95~100%が更に好ましい。粒子(B)の粗粒率としては、外観や溶解性の観点から25%以下が好ましく、20%以下がより好ましく、15%以下が更に好ましく、10%以下が特に好ましい。

以下に工程(B)において用いることができる各成分、容器回転型混合機、多流体ノズル等について説明する。

【0033】

[陰イオン界面活性剤及び/又はその前駆体(成分C)]

1. 陰イオン界面活性剤の酸前駆体

工程(B)において用いられる陰イオン界面活性剤の酸前駆体とは、陰イオン界面活性剤の前駆体であって酸形態を示し、常温で液状のものをいい、中和反応により塩を形成するものである。よって酸前駆体としては、公知の陰イオン界面活性剤の前駆体であって上記の性質を有するものであれば特に限定されないが、直鎖アルキルベンゼンスルホン酸、
-オレフィンスルホン酸、アルキル硫酸、ポリオキシエチレンアルキル硫酸、脂肪酸エステルスルホン酸等が挙げられる。このような酸前駆体は一成分のみを用いても良く、二成分以上を組み合わせて用いても良い。中でも、経済性、保存安定性及び泡立ちの観点からは直鎖アルキルベンゼンスルホン酸、アルキル硫酸が好ましい。

10

20

30

40

50

【0034】

なお、特許第3313372号に記載されているように、上記酸前駆体に、所定量の硫酸等の無機酸を予め混合しておいてもよい。

【0035】

2. 陰イオン界面活性剤

成分Cとしての陰イオン界面活性剤とは、1.の陰イオン界面活性剤の酸前駆体が中和されることにより得られたものである。このような陰イオン界面活性剤は一成分のみを用いても良く、二成分以上を組み合わせて用いても良い。中でも、経済性及び泡立ちの観点からはアルキル硫酸塩、ポリオキシエチレンアルキル硫酸塩が好ましい。1.の陰イオン界面活性剤の酸前駆体の中和に用いられるものとしてアルカリ水溶液が挙げられる。アルカリ水溶液の種類としては特に限定されるものではないが、例えば水酸化ナトリウム水溶液、水酸化カリウム水溶液等の強アルカリ水溶液が挙げられ、経済性の観点から水酸化ナトリウム水溶液が好ましい。

10

【0036】

工程(B)において用いられる陰イオン界面活性剤とは陰イオン界面活性剤と水を含有し、60における粘度が100Pa・s以下のものである。陰イオン界面活性剤は、その含水率により粘度が大きく変化する。そのため酸前駆体の中和に用いるアルカリ水溶液の濃度を調節し、所望の含水率をもった、すなわち、所望の粘度を有する陰イオン界面活性剤を調製することが好ましい。該陰イオン界面活性剤は、該陰イオン界面活性剤100質量部に対して25~70質量部(該界面活性剤組成物の含水率が約20~40%)の水を含有する際に、粘度が低下したペースト状の陰イオン界面活性剤となり、ハンドリングしやすくなることが一般的に知られており、本発明ではこの範囲に陰イオン界面活性剤の水分を調整したペースト状の陰イオン界面活性剤を用いることが好ましい。ペースト状の陰イオン界面活性剤の粘度は、製造上のハンドリング性の観点から、好ましくは10Pa・s以下、より好ましくは5Pa・s以下となる温度域を有するものである。このような使用温度域としては、陰イオン界面活性剤の安定性の観点から、好ましくは70まで、より好ましくは60までに存在するのが好ましい。ここで、粘度は、共軸二重円筒型の回転粘度計(HAAKE製、センサー:SV-DIN)により剪断速度50[1/s]で測定して求める。

20

【0037】

該陰イオン界面活性剤の酸前駆体のうち、非常に不安定で分解しやすいものは、その分解を抑制できるように調製することが好ましい。調製法は、特に限定されず、公知の方法を用いることができる。たとえば、ループ反応器を用いて、中和熱を熱交換器などにより除去し、当該酸前駆体及び陰イオン界面活性剤の温度管理に注意しながら製造を行えばよい。

30

【0038】

また、得られる該陰イオン界面活性剤は、分解を抑制する観点から、過剰のアルカリ度を有することが好ましい。

【0039】

また、該陰イオン界面活性剤には、酸前駆体を製造した際の未反応アルコールや未反応ポリオキシエチレンアルキルエーテル、中和反応時の副生成物である芒硝、中和反応時に添加され得るpH緩衝剤、脱色剤等が含有されていてもよい。

40

【0040】

陰イオン界面活性剤の量としては、洗浄力の観点及び造粒性の観点から、粒子(B)中の10~45質量%が好ましく、13~35質量%がより好ましい。洗剤粒子群中では陰イオン界面活性剤の酸前駆体は中和された状態となるため、陰イオン界面活性剤の酸前駆体を添加した場合であっても、洗剤粒子群中の陰イオン界面活性剤の量として計算される。

【0041】

本発明における、陰イオン界面活性剤及び/又はその酸前駆体は、洗剤用粉体原料を結

50

合させて造粒物を形成させる能力を有するものであり、上記段落で述べたように、成分Cが洗剤用粉体原料と接触した際に粘着性を発現することが重要なポイントの一つである。以下に粘着性発現についての推定メカニズムを説明する。

【0042】

陰イオン界面活性剤の酸前駆体を用いる場合には、洗剤用粉体原料である水溶性固体アルカリ無機物質に添加された際に、粒子表面で中和反応が進行し、粘着性を持つ陰イオン界面活性剤の酸前駆体の中和物が生成する。また、陰イオン界面活性剤を用いる場合には、該陰イオン界面活性剤が洗剤用粉体原料に添加された際に、該陰イオン界面活性剤中の水分が洗剤用粉体原料の水和や溶解により奪われることにより、又は、洗剤用粉体原料の温度が該陰イオン界面活性剤の温度より低い場合において該陰イオン界面活性剤の温度がその融点近傍又は融点以下まで低下することにより、該陰イオン界面活性剤が固化することで粘着性が発現する。

10

【0043】

このように、成分Cが洗剤用粉体原料に接触した際に粘着性を発現することで、洗剤用粉体原料の造粒が進行するが、その粘着性発現の目安として、成分Cが洗剤用粉体原料と接触したときの粘度が $2 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ 以上が好ましく、 $3 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ 以上がより好ましい。尚、粘度は、共軸二重円筒型の回転粘度計（HAAKE製、センサー：SV-DIN）により切断速度 $50 [1/s]$ の条件において、成分Cが洗剤用粉体原料と接触したときと同様となるように、その温度や水分値を調整して測定すればよい。

20

【0044】

[洗剤用粉体原料]

洗剤用粉体原料としては、水溶性固体アルカリ無機物質及び水溶性無機塩が挙げられる。

【0045】

1. 水溶性固体アルカリ無機物質

本発明において、多流体ノズルで添加される成分として陰イオン界面活性剤の酸前駆体を用いる場合、当該酸前駆体を乾式中和させるために、水溶性固体アルカリ無機物質が必須成分となる。

【0046】

水溶性固体アルカリ無機物質とは、常温（ 20 ）で固体状のアルカリ無機物質であり、該水溶性固体アルカリ無機物質としては、特に規定はないが、例えば、炭酸ナトリウム、炭酸水素ナトリウム、炭酸カリウム、ケイ酸ナトリウム等を挙げることができる。中でも洗濯液中で好適なpH緩衝領域を示すアルカリ剤として炭酸ナトリウムが好ましい。これらの水溶性固体アルカリ無機物質は単独で用いても良く、二種以上を混合して用いても良い。

30

【0047】

炭酸ナトリウムとしては、軽質ソーダ灰（ライト灰）、重質ソーダ灰（デンス灰）のいずれも用いることが可能であるが、酸前駆体との反応性の観点から、ライト灰を使用するのが好ましい。

【0048】

水溶性固体アルカリ無機物質は、最終組成物において洗剤ビルダー及びアルカリ剤として機能し得るものである。従って、水溶性固体アルカリ無機物質の添加量としては、成分Cとして配合される陰イオン界面活性剤の酸前駆体の中和に必要な量（中和当量）に、上記機能を発揮させるための量が追加されることが好ましい。即ち、水溶性固体アルカリ無機物質の添加量は、当該中和当量か、又はその量より実質的に多い量が好ましく、例えば、好ましくは中和当量の $1 \sim 3.5$ 倍であり、より好ましくは $2 \sim 3.0$ 倍、更に好ましくは $3 \sim 2.5$ 倍である。本発明においては無機酸を酸前駆体と併用してもよく、その場合、当該中和当量は、その無機酸の中和に必要な量がさらに加わることになる。ここで規定される量は、噴霧乾燥粒子に由来する水溶性固体アルカリ無機物質を含まない。

40

【0049】

50

また、水溶性固体アルカリ無機物質の平均粒径は特に限定されないが、界面活性剤を高配合する場合には、収率の向上の観点から1～50 μm まで粉碎して用いてもよい。なお、水溶性固体アルカリ無機物質の平均粒径は体積基準で算出されるものであり、例えば、レーザー回折式粒度分布測定装置：LA-920（堀場製作所（株）製）を用いて測定される値である。

【0050】

2. 水溶性無機塩

水溶性無機塩は、洗濯液のイオン強度を高め、皮脂汚れ洗浄等の効果を向上させる為、洗剤用粉体原料として用いることが好ましい。該水溶性無機塩としては、例えばイオン解離度の高い硫酸ナトリウム、塩化ナトリウム、亜硫酸ナトリウム、硫酸カリウムが好ましい。又、溶解速度向上の観点からは硫酸マグネシウムの併用も有効である。

10

【0051】

また、水溶性無機塩の平均粒径は特に限定されないが、陰イオン界面活性剤を高配合する場合には、洗剤粒子群の収率向上の観点から1～50 μm まで粉碎して用いてもよい。なお、水溶性無機塩の平均粒径は体積基準で算出されるものであり、例えば、レーザー回折式粒度分布測定装置：LA-920（堀場製作所（株）製）を用いて測定される値である。

【0052】

洗剤用粉体原料としては、水溶性固体アルカリ無機物質、水溶性無機塩のうち、例示された原料を単独で用いてもよいし、2種以上を混合して用いてもよい。水溶性固体アルカリ無機物質と水溶性無機塩が粒子（B）中に占める量は、洗浄力及び粒子（B）の粉立ちの観点から、30質量%～88質量%が好ましく、35質量%～85質量%がより好ましく、40質量%～80質量%が更に好ましい。

20

【0053】

[その他の粉体成分]

容器回転型混合機には、「洗剤用粉体原料」以外の一般に洗剤組成物の分野に用いられる公知の物質を合わせて添加してもよい。粒子（B）中のその他の粉体成分の量は、0.2～30質量%が好ましく、0.3～25質量%がより好ましい。ここで規定される量は、噴霧乾燥粒子に由来する粉体成分を含まない。

【0054】

かかる物質としては、表面改質剤（アルミノケイ酸塩、硫酸ナトリウム、ケイ酸カルシウム、二酸化ケイ素、ベントナイト、タルク、クレイ、非晶質シリカ誘導体、結晶性ケイ酸塩、一次粒子の平均粒径が0.1～10 μm の金属石鹸、粉末の界面活性剤（例えばアルキル硫酸塩等）、水溶性有機塩等）、キレート剤（トリポリリン酸塩、オルトリン酸塩、ピロリン酸塩等、結晶性又は非結晶性アルカリ金属アルミノケイ酸塩）、水溶性ポリマーのうち粉体のもの（カルボン酸系ポリマー、カルボキシメチルセルロース、可溶性澱粉、糖類、ポリエチレングリコール）、水不溶性賦形剤（二酸化ケイ素、水和ケイ酸化合物、パーライト、ベントナイト等の粘土化合物等）といった噴霧乾燥粒子の成分として用いられ得るもののほかに、粒子状界面活性剤（脂肪酸又はその塩、直鎖アルキルベンゼンスルホン酸塩、アルキル硫酸塩等）が挙げられる。

30

40

【0055】

上記の物質は、成分Cを添加する前に、洗剤用粉体原料と合わせて添加してもよいし、成分Cを添加した後に添加してもよい。アルカリ金属アルミノケイ酸塩等の表面改質剤を添加する場合は、成分Cを添加した後に用いることで、流動性の向上、保存安定性の向上を図ることができるため、成分Cを添加した後に添加することが好ましい。

【0056】

その他の粉体成分の添加操作は容器回転型混合機にて行ってもよいし、工程（B）によって得られる粒子（B）を容器回転型混合機から排出した後に、別の混合機/造粒機を用いて行ってもよい。

【0057】

50

[その他の液体成分]

本発明においては、さらにその他の液体成分を添加して洗剤粒子群を製造してもよい。添加されるその他の液体成分としては、得ようとする洗剤粒子群の組成に応じて適宜選択することができる。液体成分の添加時期は特に限定されるものではなく、例えば、成分Cに予め混合しておいてもよいし、成分Cを添加する前又はその途中、或いは後に行ってもよいが、表面改質を行う場合には、表面改質剤の添加前が好ましい。

【0058】

成分Cを添加した後に液体成分を添加する場合は、容器回転型混合機にて該液体成分を添加してもよいし、本発明の製造方法によって得られる洗剤粒子群を容器回転型混合機から排出した後に、別の混合機/造粒機に得られた洗剤粒子群を投入し、当該液体成分をこ

10

【0059】

液体成分としては、界面活性剤としては、例えば非イオン界面活性剤や脂肪酸、水溶性ポリマー（カルボン酸ポリマー、カルボキシメチルセルロース、可溶性澱粉、糖類、ポリエチレングリコール等）等の通常の洗剤組成物に用いられる任意の液体成分が挙げられる。液体成分は一成分のみを用いてもよく、二成分以上を併用しても良い。液体成分としては、その融点以上の温度にて液状として添加してもよく、又は水溶液若しくは分散液の形態で添加してもよい。媒体を除いた正味の液体成分の量としては、洗剤粒子群の凝集抑制の観点から、最終産物である洗剤粒子群の15質量%以下が好ましく、10質量%以下がより好ましい。

20

【0060】

液体成分として用いられる非イオン界面活性剤としては、特に限定されるものではないが、洗浄力の観点から、例えば炭素数10～14のアルコールにアルキレンオキシドを6～22モル付加したポリオキシアルキレンアルキルエーテルが好ましい。

【0061】

これら液体成分の添加方法としては、本発明で記載の多流体ノズルに依らず、任意のノズルにより噴霧可能である。

【0062】

[容器回転型混合機]

容器回転型混合機としては、ドラム型混合機或いはパン型混合機が好ましい。ドラム型混合機としては、ドラム状の円筒が回転して処理を行うものであれば特に限定されるものではなく、水平又はわずかに傾斜させたドラム型混合機の他に円錐ドラム型造粒機（混合機）、多段円錐ドラム型造粒機（混合機）等も使用可能である。これらの装置はバッチ式、連続式いずれの方法においても用いることができる。

30

【0063】

なお、洗剤粒子群と容器回転型混合機の内壁との間の壁面摩擦係数が小さく、洗剤粒子群に十分な上昇運動力を加えることが困難な場合、容器内壁に複数個の邪魔板（バッフル）を取付けてもよい。このことにより、粒子群に上昇運動を行わせることが可能となり、粉末混合性及び固液混合性が向上する。

【0064】

容器回転型混合機の運転条件としては、混合機内の成分が攪拌できる条件であれば特に限定されないが、下記の式で定義されるフルード数が、0.005～1.0である運転条件が好ましく、0.01～0.6である運転条件がより好ましい。

40

【0065】

$$\text{フルード数} : Fr = V^2 / (R \times g)$$

V : 周速 [m/s]

R : 回転中心から回転物の円周までの半径 [m]

g : 重力加速度 [m/s²]

【0066】

[多流体ノズル]

50

本発明においては、成分Cを多流体ノズルを用いて供給することが一つの特徴である。かかるノズルを用いることにより、その液滴を微細化して分散させることができる。多流体ノズルとは、液体と微粒化用気体（エア、窒素等）とを独立の流路を通してノズル先端部近傍まで流通させて混合・微粒化するノズルであり、2流体ノズルや3流体ノズル、4流体ノズル等を用いることができる。また、成分Cと微粒化用気体の混合部のタイプとしては、ノズル先端部内で混合する内部混合型、或いはノズル先端部外で混合する外部混合型のいずれであっても良い。

【0067】

このような多流体ノズルとしては、スプレーイングシステムスジャパン（株）製、（株）共立合金製作所製、いけうち（株）製等の内部混合型2流体ノズル、スプレーイングシステムスジャパン（株）製、（株）共立合金製作所製、（株）アトマックス製等の外部混合型2流体ノズル、藤崎電機（株）製の外部混合型4流体ノズル等が挙げられる。

10

【0068】

また、成分Cの液滴の液滴径については、その流量と微粒化用気体の流量のバランスを変更することにより調整可能である。すなわち、ある一定流量の成分Cに対して、微粒化用気体の流量を増加させればさせるほど、液滴径は小さくなる。更に、ある一定流量の微粒化用気体に対して、成分Cの流量を低下させればさせるほど、液滴径は小さくなる。

【0069】

例えば、2流体ノズルを用いる場合、例えば、次の条件で成分Cを供給することが好ましい。微粒化用気体の流量の調整は、微粒化用気体の噴霧圧の調整により行うのが容易であり、液分散の観点から、微粒化用気体噴霧圧〔ゲージ圧〕としては0.1MPa以上が好ましく、設備負荷の観点から1.0MPa以下が好ましい。また、成分Cの噴霧圧〔ゲージ圧〕としては特に制限は無いが、設備負荷の観点から、例えば1.0MPa以下が好ましい。

20

【0070】

液滴径の違いが、得られる洗剤粒子群の収率や粗粒量に与える影響を鋭意検討した結果、上記成分Cの液滴径の平均粒径を1~300 μ mにすることが収率の観点から好ましく、1~200 μ mがより好ましく、1~150 μ mがさらに好ましい。

【0071】

また、上記成分Cの添加速度を上げたい場合には、これらの多流体ノズルを複数個使用し、液滴の微細化を維持しつつ添加速度を上げることも効果的である。

30

【0072】

このような方法を用いることで、高粘度のペーストとなっている陰イオン界面活性剤においても均一な分散が可能となり、収率が向上し粒度分布のシャープな洗剤粒子群が得られる。

【0073】

なお、成分Cの液滴径の平均粒径は体積基準で算出されるものであり、レーザー回折式粒度分布測定装置：スプレーテック（マルバーン社製）を用いて測定される値である。

【0074】

成分Cは多流体ノズルを介して添加されるため、流体として多流体ノズルに供給される。陰イオン界面活性剤及び/又はその酸前駆体は常温で液状又はペースト状であればそのまま供給してもよく、水等により希釈して液状又はペースト状としてもよく、加熱して液状又はペースト状としてもよい。従って、成分Cのノズルへの供給時（即ち混合機内への添加時）の温度域としては、その安定性やハンドリング性の観点から、10~80が好ましく、20~70がより好ましい。

40

【0075】

<工程（C）>

工程（C）は粒子（A）と粒子（B）とを混合する工程である。粒子（A）の配合量は、粒子（A）と粒子（B）の合計質量の20~70質量%が好ましく、20~60質量%がより好ましい。

50

【0076】

尚、この工程において、粒子(A)と粒子(B)の他に、例えば表面改質剤、酵素、香料、漂白剤、色素等の成分を添加・混合してもよい。表面改質剤としては、[その他の粉体成分]の項目に記載のものが挙げられる。これらの成分の添加量としては、添加による所望の効果を発揮させる観点から、粒子(A)と粒子(B)の合計質量の100質量部に対して、0.1~30質量部が好ましく、0.2~20質量部がより好ましく、0.3~10質量部がさらに好ましく、0.5~5質量部がさらにより好ましい。

【0077】

工程(C)での混合は、公知の混合機を用いてもよい。この場合の好適な混合機としては、洗剤粒子に対して圧密がかかりづらい混合機が好ましく、例えば、ロータリーキルン、リボンミキサー、ドラムミキサー、遊星式ミキサー等が挙げられる。

10

【0078】

粒子(A)と粒子(B)との嵩密度の差は小さい方が分級抑制の観点からは好ましい。例えば、粒子(B)の嵩密度を粒子(A)の嵩密度で除した値が0.5~3.5以下になることが好ましく、0.7~3.0の範囲がより好ましく、0.8~2.5の範囲がさらに好ましい。

【0079】

このように、本発明の洗剤粒子群の製造方法によれば、(A)粒子と(B)粒子とを混合することで、低い噴霧乾燥粒子比率で製造出来る流動性が良好で分級が抑制された中低嵩密度の洗剤粒子群を収率良く且つ低粗粒率で得ることが出来る。

20

【0080】

B. 物性と評価

本発明により得られる洗剤粒子群等の物性の指標としては、嵩密度、平均粒径、流動性、安息角、造粒収率、及び粗粒率が挙げられる。洗剤粒子群の嵩密度としては、中低嵩密度である250~600g/Lが好ましく、300~550g/Lがより好ましく、300~500g/Lが更に好ましい。洗剤粒子群の平均粒径としては、200~800 μ mが好ましく、200~600 μ mがより好ましい。外観や溶解性の観点から、該平均粒径としては800 μ m以下が好ましい。洗剤粒子群の流動性としては、4~12秒が好ましく、4~10秒がより好ましく、4~8秒が更に好ましい。また安息角は、製品の充填の容易さの観点から、20°~45°が好ましい。洗剤粒子群の造粒収率としては、90~100%が好ましく、95~100%がより好ましい。洗剤粒子群の粗粒率としては、外観や溶解性の観点から25%以下が好ましく、20%以下がより好ましく、15%以下が更に好ましく、10%以下が特に好ましい。各粒子及び洗剤粒子群等についてのこれらの物性の測定方法は以下に説明する通りである。

30

【0081】

< 物性の測定方法 >

1. 嵩密度

嵩密度は、JIS K 3362により規定された方法で測定する。なお、嵩密度は、2000 μ mの篩上に残留した粒子をカットした残りの粒子にて測定する。

【0082】

2. 平均粒径

平均粒径については、JIS Z 8801の標準篩(目開き2000~45 μ m)を用いて5分間振動させた後、篩目のサイズによる質量分率からメジアン径を算出する。より詳細には、目開き45 μ m、63 μ m、90 μ m、125 μ m、180 μ m、250 μ m、355 μ m、500 μ m、710 μ m、1000 μ m、1410 μ m、2000 μ mの12段の篩と受け皿を用いて、受け皿上に目開きの小さな篩から順に積み重ね、最上部の2000 μ mの篩の上から100gの粒子を添加し、蓋をしてロータップ型ふるい振とう機(HEIKO製作所製、タッピング156回/分、ローリング:290回/分)に取り付け、5分間振動させたあと、それぞれの篩及び受け皿上に残留した当該粒子の質量を測定し、各篩上の当該粒子の質量割合(%)を算出する。受け皿から順に目開きの小さな

40

50

篩上の当該粒子の質量割合を積算していき合計が50%となる粒径を平均粒径とする。

【0083】

3. 流動性

流動時間は、JIS K 3362により規定された嵩密度測定用のホッパーから、100mLの粉末が流出するのに要する時間とする。なお、流動性は、2000 μ mの篩上に残留した粒子をカットした残りの粒子にて測定する。

【0084】

4. 安息角

平らな場所に設置した流動性測定テーブル(80mm径の円形の台)に内径77mm、高さ55mmの円筒を載せ、該円筒の上面から上方1~2cmの高さよりサンプルを流し入れる。該円筒の上面から0~1cm程の位置まで山盛り状に充填する。次いで、円筒を静かに上方に移動させて取り除き、充填されたサンプルを重力により自然に排出させる。その後、概測定テーブルの上に残ったサンプルの表面と水平面とのなす角度(傾斜角)を、分度器を用いて読み取り、その角度を安息角とする。

【0085】

5. 造粒収率

本発明における造粒収率とは、製造された洗剤粒子群中の、2000 μ m以下の粒子の割合(質量)を示す。なお、この2000 μ m以下の粒子の質量は、上記2.平均粒径に用いた装置と同一のものを使用して測定した。粒子(B)の造粒収率も同じ方法で求められる。

【0086】

6. 粗粒率

本発明における粗粒率とは、製造された洗剤粒子群中の、1000 μ m以上の粒子の割合(質量)を示す。なお、この1000 μ m以上の粒子の質量は、上記2.平均粒径に用いた装置と同一のものを使用して測定した。粒子(B)の粗粒率も同じ方法で求められる。

【実施例】

【0087】

以下に、本発明を実施例に基づいてさらに詳細に説明するが、本発明は、かかる実施例のみに限定されるものではない。

【0088】

以下の調製例等においては、特に記載のない限り下記の原料を用いた。なお、表1、2中の組成の%は質量%を意味し、表3、表4中の粒子(A)、粒子(B)及びゼオライトの数値は質量部を意味する。

直鎖アルキルベンゼンスルホン酸、花王(株)製「ネオペレックスGS」

アルキル硫酸ナトリウム(純分65%、残部水;アルキル基の炭素数がC12/C14/C16=64/24/12(重量%))

【0089】

ライト灰(炭酸ナトリウム)、平均粒径100 μ m、セントラル硝子(株)製

粉砕ライト灰:平均粒径8 μ m(上記ライト灰を粉砕したもの)

芒硝(硫酸ナトリウム):平均粒径200 μ m、四国化成工業(株)製「中性無水芒硝」

粉砕芒硝、平均粒径14 μ m(上記芒硝を粉砕したもの)

ゼオライト:平均粒径3.5 μ m、ゼオビルダー社製

蛍光染料:チバ・スペシャルティ・ケミカルズ(株)製「AMS-GX」

ケイ酸ナトリウム:富士化学(株)製「2号シリケート」(純分40%)

ポリアクリル酸ナトリウム:重量平均分子量10000のもの(純分40%)(花王(株)製)

ポリエチレングリコール:質量平均分子量13000のもの(純分60%)(花王(株)製)

10

20

30

40

50

【0090】

以下の調製例等では、容器回転型混合機として、邪魔板を有した122Lドラム型ミキサー(50cm×L62cm)を使用した。多流体ノズルとして、2流体ノズル((株)アトマックス製:型番BN160)を使用した。なお、2流体ノズルの噴霧圧として記載された値はゲージ圧である。

【0091】

<粒子(A)の調製例>

(A-1)

ジャケットを60に設定した攪拌翼を有する1m³の混合槽に温度25の水239.7kg、48質量%水酸化ナトリウム水溶液47.8kgの順に添加した後、171.9kgの直鎖アルキルベンゼンスルホン酸を添加した。5分攪拌後、ポリアクリル酸ナトリウム59.7kgを添加した。2分攪拌後、硫酸ナトリウム223.1kg、蛍光染料1.2kg、ケイ酸ナトリウム194.0kg、ポリエチレングリコール3.0kg、ゼオライト59.7kgを添加した後、120分間攪拌してスラリーを得た。このスラリー中の水分は43質量%であった。

10

【0092】

このスラリーを噴霧乾燥塔の塔頂付近に設置した圧力噴霧ノズルから噴霧圧力2.5MPaで噴霧を行い、噴霧乾燥粒子を得た。噴霧乾燥塔に供給する高温ガスは塔下部より温度が220で供給され、塔頂より110で排出された。得られた噴霧乾燥粒子を噴霧乾燥粒子(A-1)とし、その組成と物性を表1に示す。

20

【0093】

(A-2)

混合槽に添加する水等の添加量を変更したこと、シリケートを添加しなかったことを除いて、(A-1)と同様の方法で噴霧乾燥粒子(A-2)を得た。(A-2)の組成と物性を表1に示す。

【0094】

(A-3)

混合槽に添加する水等の添加量を変更したこと、ゼオライト及びシリケートを添加しなかったことを除いて、(A-1)と同様の方法で噴霧乾燥粒子(A-3)を得た。(A-3)の組成と物性を表1に示す。

30

【0095】

(A-4)

混合槽に添加する水等の添加量を変更したこと、陰イオン界面活性剤としてペースト状(60)のアルキル硫酸ナトリウムを添加したことを除いて、(A-1)と同様の方法で噴霧乾燥粒子(A-4)を得た。尚、アルキル硫酸ナトリウムの添加は、ポリアクリル酸ナトリウム添加後に行った。(A-4)の組成と物性を表1に示す。

【0096】

(A-5)

混合槽に添加する水等の添加量を変更したこと、シリケートを添加しなかったことを除いて、(A-1)と同様の方法で噴霧乾燥粒子(A-5)を得た。(A-5)の組成と物性を表1に示す。

40

【0097】

【表 1】

| | A-1 | A-2 | A-3 | A-4 | A-5 |
|--------------------------|-----|-----|-----|-----|-----|
| 直鎖アルキルベンゼンスルホン酸ナトリウム [%] | 30 | 19 | 20 | 32 | 10 |
| アルキル硫酸ナトリウム [%] | 0 | 0 | 0 | 5 | 0 |
| ゼオライト [%] | 10 | 9 | 0 | 9 | 33 |
| ケイ酸ナトリウム [%] | 13 | 0 | 0 | 13 | 0 |
| 硫酸ナトリウム [%] | 38 | 64 | 72 | 34 | 48 |
| ポリエチレングリコール [%] | 0.3 | 0.4 | 1 | 0.3 | 0.8 |
| ポリアクリル酸ナトリウム [%] | 4 | 3.3 | 4.6 | 2 | 5 |
| 蛍光染料 [%] | 0.2 | 0.3 | 0.4 | 0.7 | 0.2 |
| 水 [%] | 4.5 | 4 | 2 | 4 | 3 |
| 平均粒径 [μm] | 241 | 266 | 287 | 257 | 182 |
| 嵩密度 [g/L] | 306 | 307 | 299 | 303 | 551 |
| 流動性 [s] | 6.4 | 6.1 | 7.5 | 6.2 | 6.7 |
| 安息角 [$^{\circ}$] | 45 | 40 | 45 | 40 | 43 |

(A) 粒子の組成

懸濁液

10

20

30

40

【0098】

< 粒子 (B) の調製例 >

炭酸ナトリウムとしては、(B-4)、(B-9)ではライト灰を用い、その他の粒子(B)の調製においては粉碎ライト灰を用いた。硫酸ナトリウムとしては、(B-4)のみ芒硝を用い、(B-6)、(B-7)、(B-8)では粉碎芒硝を用いた。

【0099】

50

(B - 1)

炭酸ナトリウム 11.4 kg (中和当量の 10.2 倍) をドラム型ミキサー中に添加し、フルード数 0.2 で 30 秒間攪拌した後、60 の液状の直鎖アルキルベンゼンスルホン酸 5.6 kg を 2 流体ノズル 2 本を用いて、添加速度 0.67 kg/min、微粒化用 Air 噴霧圧 0.3 MPa の噴霧条件にて添加し、添加後 1 分間攪拌した。その後攪拌を止め、ゼオライト 1.3 kg を添加して前記と同条件にて 1 分間攪拌を行い、造粒物としての粒子 (B - 1) を得た。得られた粒子の組成と物性を表 2 に示す。

【 0 1 0 0 】

(B - 2) 及び (B - 3)

ドラム型ミキサーに添加する原料の量と噴霧する陰イオン界面活性剤の量を変更したことを除いて、(B - 1) と同様の方法で粒子を得た。得られた粒子 (B - 2) 及び (B - 3) の組成と物性を表 2 に示す。

10

【 0 1 0 1 】

(B - 4)

ドラム型ミキサーに添加する原料の量と噴霧する陰イオン界面活性剤の量の変更を行ったこと、陰イオン界面活性剤の酸前駆体から、陰イオン界面活性剤のペースト状 (60) のアルキル硫酸ナトリウムに変更したこと、及び硫酸ナトリウムを添加したことを除いて、(B - 1) と同様の方法で粒子を得た。得られた粒子 (B - 4) の組成と物性を表 2 に示す。

【 0 1 0 2 】

(B - 5)

硫酸ナトリウムを添加しなかったことを除いて、(B - 4) と同様の方法で粒子を得た。得られた粒子 (B - 5) の組成と物性を表 2 に示す。

20

【 0 1 0 3 】

(B - 6)

ドラム型ミキサーに添加する原料の量と噴霧する陰イオン界面活性剤の量を変更したこと、及び硫酸ナトリウムを添加したことを除いて、(B - 1) と同様の方法で粒子を得た。得られた粒子 (B - 6) の組成と物性を表 2 に示す。

【 0 1 0 4 】

(B - 7)

炭酸ナトリウム 1.6 kg、硫酸ナトリウム 1.4 kg をレディゲミキサー ((株) マツポー製、容量 20 L、ジャケット付) 中で、攪拌羽根回転数 80 r/m、剪断機回転数 3600 r/m の条件で 30 秒間攪拌した。尚、ジャケットに 40 の温水を 10 L / 分で流した。60 の液状のアルキルベンゼンスルホン酸 1.4 kg を、添加速度 0.7 kg/min にて添加し、添加後 1 分間攪拌した。その後攪拌を止め、ゼオライト 0.023 kg を添加して前記と同条件にて 2 分間攪拌を行い、得られた洗剤粒子群をミキサーから排出して粒子 (B - 7) を得た。得られた粒子の組成と物性を表 2 に示す。

30

【 0 1 0 5 】

(B - 8)

ゼオライトの添加量を変更したこと除いて、(B - 7) と同様の方法で粒子を得た。得られた粒子 (B - 8) の組成と物性を表 2 に示す。

40

【 0 1 0 6 】

(B - 9)

炭酸ナトリウム 5.4 kg をドラム型ミキサー (邪魔板を有した 75 L のドラム型ミキサー (40 cm x L 60 cm)) 中に添加し、フルード数 0.2 で 30 秒間攪拌した後、60 の液状のアルキルベンゼンスルホン酸 1.7 kg を 1 流体ノズル (スプレーイングシステムスジャパン (株) 製) 1 本を用いて、添加速度 0.63 kg/min、バインダー噴霧圧 0.2 MPa の噴霧条件にて添加し、添加後 1 分間攪拌した。その後攪拌を止め、ゼオライト 0.35 kg を添加して前記と同条件にて 1 分間攪拌を行い、造粒物としての粒子 (B - 9) を得た。得られた粒子の組成と物性を表 2 に示す。

50

【 0 1 0 7 】
【 表 2 】

| | | B-1 | B-2 | B-3 | B-4 | B-5 | B-6 | B-7 | B-8 | B-9 | |
|-----------|-----------------------------|-------------------|------|-----|------|-----|------|------|------|------|------|
| 塩素系材料 (B) | 直鎖アルキルベンゼンスルホン酸ナトリウム | [%] | 35 | 32 | 29 | 0 | 0 | 33 | 34 | 33 | 24 |
| | アルキル硫酸ナトリウム | [%] | 0 | 0 | 0 | 16 | 28 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| | 炭酸ナトリウム | [%] | 54 | 50 | 45 | 41 | 43 | 30 | 31 | 30 | 69 |
| | 硫酸ナトリウム | [%] | 0 | 0 | 0 | 12 | 0 | 32 | 33 | 32 | 0 |
| | ゼオライト | [%] | 8 | 15 | 23 | 22 | 14 | 3 | 0.5 | 3 | 5 |
| | 水 | [%] | 3 | 3 | 3 | 9 | 15 | 2 | 3 | 2 | 2 |
| 非塩素系材料 | 平均粒径 | [μm] | 576 | 408 | 341 | 317 | 226 | 640 | 1216 | 1190 | 788 |
| | 嵩密度 | [g/L] | 479 | 513 | 501 | 596 | 538 | 570 | 510 | 772 | 660 |
| | 流動性 | [s] | 6.4 | 6.5 | 7.1 | 6.3 | 8.4 | 6.6 | 流動せず | 6.7 | 5.8 |
| | 安息角 | [$^{\circ}$] | 45 | 45 | 45 | 44 | 46 | 46 | 65 | 46 | 45 |
| | 粗粒率(1000 μm on) | [%] | 17.1 | 2.6 | 1.6 | 0.4 | 1.0 | 24.5 | 61.1 | 58.2 | 44 |
| | 収率(2000 μm pass) | [%] | 95.2 | 100 | 99.8 | 100 | 99.7 | 88.5 | 76.9 | 78 | 77.1 |

10

20

30

40

【 0 1 0 8 】

50

< 実施例 1 ~ 14、比較例 1 ~ 5 >

上記のようにして得られたそれぞれの(A)粒子、(B)粒子、ゼオライトを表3及び表4に示すような質量の割合でビニール袋に加えた。このビニール袋を30回上下に振って粒子を混合し、洗剤粒子群を得た。得られた洗剤粒子群の物性を表3及び表4に示す。

【0109】

【表 3】

| | 実施例1 | 実施例2 | 実施例3 | 実施例4 | 実施例5 | 実施例6 | 実施例7 | 実施例8 | 実施例9 | 実施例10 | 実施例11 | 実施例12 | 実施例13 | 実施例14 |
|-------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|-------|-------|-------|-------|-------|
| A-1 | 20 | 30 | 40 | 50 | 60 | 70 | | | | | | 20 | 30 | 40 |
| A-2 | | | | | | | 48 | | | 48 | | | | |
| A-3 | | | | | | | | 42 | | | | | | |
| A-4 | | | | | | | | | 56 | | | | | |
| A-5 | | | | | | | | | | | 30 | | | |
| B-1 | 78 | 68 | 58 | 48 | 38 | 28 | | | | | | | | |
| B-2 | | | | | | | 50 | | | | | | | |
| B-3 | | | | | | | | 56 | | | | | | |
| B-4 | | | | | | | | | 42 | | 68 | | | |
| B-5 | | | | | | | | | | 50 | | | | |
| B-6 | | | | | | | | | | | | 78 | 68 | 58 |
| B-7 | | | | | | | | | | | | | | |
| B-8 | | | | | | | | | | | | | | |
| B-9 | | | | | | | | | | | | | | |
| ゼオライト | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 |
| 平均粒径 | 490 | 455 | 426 | 400 | 377 | 356 | 307 | 286 | 270 | 252 | 246 | 481 | 428 | 385 |
| 嵩密度 | 458 | 432 | 417 | 394 | 375 | 360 | 400 | 437 | 359 | 415 | 582 | 487 | 453 | 425 |
| 流動性 | 6.1 | 6.2 | 6.4 | 6.4 | 6.5 | 6.5 | 6.5 | 6.9 | 7.9 | 7.2 | 6.3 | 6.5 | 6.6 | 6.8 |
| 安息角 | 40 | 40 | 40 | 40 | 40 | 40 | 40 | 40 | 43 | 40 | 40 | 42 | 42 | 43 |
| 粗粒率 | 13.6 | 11.9 | 10.1 | 8.4 | 6.6 | 4.9 | 1.2 | 0.9 | 0.2 | 0.4 | 0.3 | 19.5 | 17.0 | 14.5 |
| 造粒収率 | 96.2 | 96.7 | 97.2 | 97.7 | 98.1 | 98.6 | 100 | 99.9 | 100 | 99.9 | 100 | 90.9 | 92.0 | 93.2 |

【 0 1 1 0 】

10

20

30

40

【表 4】

| | 比較例1 | 比較例2 | 比較例3 | 比較例4 | 比較例5 |
|-------|-------|------|------|------|------|
| A-1 | 20 | 30 | 40 | 40 | 30 |
| A-2 | | | | | |
| A-3 | | | | | |
| A-4 | | | | | |
| A-5 | | | | | |
| B-1 | | | | | |
| B-2 | | | | | |
| B-3 | | | | | |
| B-4 | | | | | |
| B-5 | | | | | |
| B-6 | | | | | |
| B-7 | 78 | 68 | 58 | 58 | 68 |
| B-8 | | | | | |
| B-9 | | | | | |
| ゼオライト | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 |
| 平均粒径 | [μm] | 1080 | 1056 | 754 | 745 |
| 嵩密度 | [g/L] | 587 | 530 | 504 | 523 |
| 流動性 | [s] | 流動せず | 流動せず | 流動せず | 流動せず |
| 安息角 | [°] | 54 | 54 | 51 | 44 |
| 粗粒率 | [%] | 48.6 | 42.4 | 36.2 | 35.1 |
| 造粒収率 | [%] | 81.6 | 83.9 | 86.3 | 86.7 |

10

20

【0111】

実施例1～14で得られた洗剤粒子群は、噴霧乾燥粒子比率が20～70%の範囲であって、流動性が良好かつ嵩密度も350～600g/Lという中低嵩密度の洗剤粒子群であることが分かった。(B)粒子である(B-1)～(B-6)の嵩密度は470～600g/Lと中嵩密度の粒子であり、(A)粒子との嵩密度の差が少ないので、(A)粒子と(B)粒子とを混合しても、輸送時等での分級が抑制される。更に得られた洗剤粒子群の造粒収率は90%以上と高く、粗粒率も20%以下と低いものであった。

30

【0112】

一方、比較例1～3については、流動性が非常に悪く、安息角も大きいので、製品としての洗剤粒子群を容器へ注入する操作が難しく、使用時の消費者の取扱い性にも劣るものであった。更に、比較例1～3の各々は、実施例と同様の噴霧乾燥粒子比率とした場合に、実施例の洗剤粒子群よりも嵩密度が77g/L以上高くなることが分かった(実施例12～14、比較例1～3)。よって、本発明によって製造される洗剤粒子群と同程度の嵩密度の洗剤粒子群を得るためには、噴霧乾燥粒子比率をあげる必要があり、環境負荷が高くなる。また、洗剤粒子群の造粒収率、粗粒率に関しても、本発明の製造方法により得られるものと比べて性能の低いものであった。

40

【0113】

比較例4については、流動性や安息角は良好であるものの、(A)粒子と(B)粒子との嵩密度の差が大きいために分級が生じると予想される。粒子(B-8)の嵩密度が高くなった理由としては、レディゲミキサーが混合対象物に与えるせん断力が強いので、造粒と共に粒子が圧密化され、更に、粒子(B-8)において添加するゼオライトを増量したことによって流動性が向上し、粒子の充填率が高まったためであると推定される。また、洗剤粒子群の造粒収率、粗粒率に関しても、本発明の製造方法により得られるものと比べて性能の低いものであった。

50

【 0 1 1 4 】

比較例 5 についても、流動性や安息角は良好であるものの、粒子（B - 9）の作製に 1 流体ノズルを用いたために、（B）粒子と（A）粒子の嵩密度の差が大きくなっており分級が生じると予想される。また、洗剤粒子群の造粒収率、粗粒率に関しても、本発明の製造方法により得られるものと比べて性能の低いものであった。

【 産業上の利用可能性 】

【 0 1 1 5 】

本発明によれば、噴霧乾燥粒子比率を低減しつつ、流動性の良好な中低嵩密度の洗剤粒子群を収率良く且つ低粗粒率で製造することができる。かかる洗剤粒子群は、衣料用等様々な用途の洗剤組成物として、又はかかる洗剤組成物の一成分として好ましく用いることができる。

フロントページの続き

| (51) Int.Cl. | | | F I | | テーマコード(参考) |
|----------------|--------------|------------------|-----|----------------|--------------|
| C 1 1 D | 1/29 | (2006.01) | | C 1 1 D | 1/29 |
| C 1 1 D | 17/06 | (2006.01) | | C 1 1 D | 17/06 |

(72)発明者 今泉 義信

和歌山市湊1334番地 花王株式会社研究所内

Fターム(参考) 4H003 AB15 AB19 AB27 AB31 BA10 CA15 CA16 CA20 CA21 DA01
EA12 EA15 EA16 EA28 EB30 EB35 FA40 FA41