



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0028474

(51)⁷ C08F 2/32; A61Q 5/02; A61K 8/81;
A61Q 19/10

(13) B

(21) 1-2015-00667

(22) 31/07/2013

(86) PCT/JP2013/004648 31/07/2013

(87) WO2014/030305 27/02/2014

(30) 2012-183137 22/08/2012 JP

(45) 25/06/2021 399

(43) 25/05/2015 326A

(73) KAO CORPORATION (JP)

14-10, Nihonbashi Kayabacho 1-chome, Chuo-ku, Tokyo 103-8210, Japan

(72) NAITO, Kazuki (JP); KAKU, Shuichi (JP).

(74) Công ty Cổ phần Hỗ trợ phát triển công nghệ Detech (DETECH)

(54) PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT HẠT POLYME ƯA NƯỚC

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất hạt polyme ưa nước bao gồm:

bước 1 điều chế chất phân tán trong đó thành phần pha nước bao gồm monome ưa nước và chất khơi mào polyme hóa được phân tán trong thành phần pha dầu chứa dung môi kỵ nước có độ tan là 1% khối lượng hoặc ít hơn trong nước ở 25°C;

bước 2 giảm nồng độ oxy hòa tan của chất phân tán được điều chế trong bước 1; và

bước 3 polyme hóa monome ưa nước trong pha nước bằng cách cung cấp oxy cho bình phản ứng và, trong quá trình oxy được cung cấp, gia nhiệt chất phân tán thu được trong bước 2 trong bình phản ứng để nhiệt độ của chất phân tán tăng lên, trong đó:

thời gian từ khi bắt đầu giảm nồng độ oxy hòa tan của chất phân tán trong bước 2 đến khi bắt đầu gia nhiệt chất phân tán trong bước 3 là 0,1 giờ đến 3,5 giờ, và lượng oxy cung cấp cho bình phản ứng trong bước 3 là 0,02% đến 0,9% thể tích mỗi giờ so với thể tích của chất phân tán, ở điều kiện tiêu chuẩn.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất hạt polyme ưa nước.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Đã biết phương pháp sản xuất hạt polyme ưa nước bằng cách polyme hóa huyền phù đảo pha (xem, ví dụ, tài liệu sáng chế 1). Cụ thể, chẳng hạn trong quá trình sản xuất hạt polyme ưa nước để dùng cho chất phụ gia mỹ phẩm, chất mang của các chất hóa học khác nhau, và tác nhân cải biến bề mặt dùng cho giấy tự ghi, điều quan trọng là điều chỉnh phản ứng polyme hóa hạt polyme ưa nước bằng cách điều chỉnh độ nhớt và cảm giác, ví dụ, của dung dịch polyme thu được.

Tài liệu sáng chế 2 bộc lộ phương pháp sản xuất polyme hạt mịn có cỡ hạt gần như đồng nhất trong một phạm vi cụ thể, cụ thể là phương pháp sản xuất huyền phù polyme nồng độ cao thông qua polyme hóa huyền phù đảo pha bằng cách cung cấp chất oxy hóa tan trong nước và chất khử tan trong nước để làm chất khơi mào polyme hóa dung dịch nước monome vinyl và thêm dung dịch nước monome vào huyền phù đặc thu được để polyme hóa tiếp. Tài liệu sáng chế 2 cũng mô tả phương pháp khử hoạt tính chất xúc tác bằng khí chứa oxy để tránh sự ảnh hưởng của chất xúc tác polyme hóa chưa phản ứng còn sót lại sau khi phản ứng polyme hóa kết thúc.

Tài liệu sáng chế 3 bộc lộ phương pháp sản xuất chất điều màu polyme

hóa để ngăn chặn sự xuất hiện mùi của chất chuyển mạch còn sót lại hoặc được giải phóng, cụ thể là phương pháp sục khí mang vào dung dịch phản ứng.

Tài liệu sáng chế 4 bộc lộ phương pháp sản xuất chất điều màu trong đó việc gắn polyme vào mặt thành của bình phản ứng được ngăn chặn bằng cách đưa khí mang vào phần pha khí của bình phản ứng.

Tài liệu sáng chế 1: Công bố đơn sáng chế chưa xét nghiệm của Nhật Bản số JP 2008-138106.

Tài liệu sáng chế 2: Công bố đơn quốc tế số WO 2009/096300.

Tài liệu sáng chế 3: Công bố đơn sáng chế chưa xét nghiệm của Nhật Bản số JP 2002-40709.

Tài liệu sáng chế 4: Công bố đơn sáng chế chưa xét nghiệm của Nhật Bản số 2011-70048.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Phương pháp sản xuất hạt polyme ưa nước theo sáng chế bao gồm: bước 1 điều chế chất phân tán trong đó thành phần pha nước chứa monome ưa nước và chất khơi mào polyme hóa được phân tán trong thành phần pha dầu chứa dung môi kỵ nước có độ tan bằng 1 % khối lượng hoặc ít hơn trong nước ở 25°C; bước 2 giảm nồng độ oxy hòa tan của chất phân tán thu được ở bước 1; và bước 3 polyme hóa monome ưa nước trong pha nước bằng cách cấp oxy vào bình phản ứng và khi oxy được cấp, gia nhiệt chất phân tán có nồng độ oxy hòa tan giảm trong bước 2 trong bình phản ứng để nhiệt độ của chất phân tán tăng

lên, trong đó thời gian từ khi bắt đầu giảm nồng độ oxy hòa tan của chất phân tán trong bước 2 đến khi bắt đầu gia nhiệt chất phân tán trong bước 3 là lớn hơn hoặc bằng 0,1 giờ, và nhỏ hơn hoặc bằng 3,5 giờ, và lượng oxy cung cấp cho bình phản ứng trong bước 3 là lớn hơn hoặc bằng 0,02 % thể tích trên mỗi giờ, và nhỏ hơn hoặc bằng 0,9 % thể tích trên mỗi giờ so với thể tích của chất phân tán, dưới điều kiện tiêu chuẩn của nhiệt độ ở 25°C và áp suất tuyệt đối là 101,3 kPa.

Mô tả chi tiết sáng chế

Phương án sẽ được mô tả chi tiết dưới đây.

Phương pháp sản xuất hạt polyme ưa nước theo phương án này điều chỉnh thời gian để bắt đầu gia nhiệt chất phân tán từ khi bắt đầu giảm nồng độ oxy hòa tan của chất phân tán trong đó thành phần pha nước chứa monome ưa nước và chất khơi mào polyme hóa được phân tán trong thành phần pha dầu chứa dung môi kỵ nước. Trong phương pháp này, chất phân tán được gia nhiệt trong khi nó được cung cấp một lượng oxy định trước so với lượng chất phân tán. Phương pháp sản xuất hạt polyme ưa nước theo phương án này có thể sản xuất ổn định hạt polyme ưa nước có độ nhớt mong muốn.

Trong bước polyme hóa, trong trường hợp khi chất phân tán được gia nhiệt với nồng độ oxy thấp của chất phân tán, nồng độ các gốc tạo thành đạt tới nồng độ đủ để bắt đầu phản ứng polyme hóa trong giai đoạn ban đầu, và vì vậy, phản ứng polyme hóa bắt đầu ở nhiệt độ thấp. Mặt khác, trong trường hợp nếu

chất phân tán được gia nhiệt ở điều kiện tương tự ngoại trừ nồng độ oxy cao của chất phân tán, thì cần có thời gian để nồng độ các gốc tạo thành đạt tới nồng độ đủ để bắt đầu phản ứng polyme hóa, và vì vậy, phản ứng polyme hóa bắt đầu ở nhiệt độ cao. Kết quả là, hạt polyme ưa nước được sản xuất có trọng lượng phân tử thấp.

Trong tình huống này, các tác giả sáng chế phát hiện ra rằng nhiệt độ bắt đầu phản ứng có thể được điều chỉnh ở nhiệt độ không thay đổi bằng việc gia nhiệt chất phân tán kết hợp với cung cấp một lượng oxy định trước đối với thể tích của chất phân tán. Tuy nhiên, nếu chỉ điều chỉnh lượng oxy cung cấp cho quá trình gia nhiệt thì sẽ làm thay đổi lượng các gốc tạo thành trước khi bắt đầu gia nhiệt, và vì vậy, rất khó sản xuất hạt polyme ưa nước có độ nhớt ổn định mong muốn. Mặt khác, các tác giả sáng chế phát hiện ra rằng số lượng các gốc tạo thành có thể được điều chỉnh bằng cách điều chỉnh thời gian cho đến khi sự gia nhiệt chất phân tán bắt đầu, và sản xuất thành công hạt polyme ưa nước có độ nhớt ổn định mong muốn bằng cách sử dụng việc điều chỉnh các gốc tạo thành. Không tài liệu sáng chế nào từ 1 đến 4 bộc lộ phương pháp sản xuất dễ dàng các hạt polyme có, ví dụ, độ nhớt phù hợp cho các ứng dụng như mỹ phẩm và/hoặc các chất tẩy rửa bằng cách điều chỉnh thời gian bắt đầu phản ứng của phản ứng polyme hóa.

Hạt polyme ưa nước được sản xuất bằng phương pháp theo phương án này có thể được sử dụng phù hợp để làm chất phụ gia để cải thiện cảm giác của mỹ phẩm và/hoặc chất tẩy rửa trong đó sự khác biệt nhỏ về đặc tính vật lý được

cho là ảnh hưởng đến cảm giác.

Bước 1: Bước chuẩn bị chất phân tán

Trong bước 1, thành phần pha dầu chứa dung môi kỵ nước được cấp vào bình phản ứng. Khi thành phần pha dầu được khuấy, bình phản ứng được cấp thành phần pha nước chứa monome ưa nước và chất khơi mào polyme hóa để thành phần pha nước và thành phần pha dầu được trộn đều.

1. Thành phần pha dầu

Thành phần pha dầu chứa dung môi kỵ nước có thể còn bao gồm tác nhân phân tán như một thành phần cấu thành.

(1) Dung môi kỵ nước

“Dung môi kỵ nước” ở đây đề cập đến dung môi có độ tan trong nước ở 25°C ít hơn hoặc bằng 1% khối lượng (% khối lượng).

Ví dụ về dung môi kỵ nước bao gồm: dung môi trên cơ sở hydrocacbon như hexan, xyclohexan, heptan, octan, benzen, toluen, xylen, và etylbenzen; dung môi trên cơ sở hydrocacbon được halogen hóa như cacbon tetracloerua và dicloetan; và dung môi hydrocacbon trên cơ sở isoparafin. Trong số các dung môi này, xét về đặc tính hóa học và dễ dàng xử lý, dung môi trên cơ sở hydrocacbon là được ưu tiên, hexan và xyclohexan là được ưu tiên hơn, và xyclohexan là được ưu tiên hơn nữa. Dung môi kỵ nước có thể là một dung môi đơn lẻ hoặc hỗn hợp của nhiều loại dung môi.

Xét về tính ổn định của chất phân tán, lượng dung môi kỵ nước tốt hơn

là lớn hơn hoặc bằng một, tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng hai, tốt nhất là lớn hơn hoặc bằng bốn, và còn tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng sáu lần khối lượng của tổng lượng các monome. Xét về năng suất, khối lượng dung môi kỵ nước tốt hơn là ít hơn hoặc bằng 20, tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 17, tốt nhất là ít hơn hoặc bằng 15, và còn tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 10 lần khối lượng của tổng lượng các monome.

(2) Tác nhân phân tán

Ví dụ về tác nhân phân tán bao gồm chất hoạt động bề mặt không ion, chất hoạt động bề mặt cation, chất hoạt động bề mặt anion, và chất hoạt động bề mặt lưỡng tính. Ví dụ chất hoạt động bề mặt không ion bao gồm: chất hoạt động bề mặt không ion dạng rượu polyhydric như sorbitan stearat, sorbitan palmitat, rượu polyvinyl, metyl xenlulo, etyl xenlulo, hydroxy xenlulo, cacboxymetyl xenlulo, cacboxyetyl xenlulo, stearat sucroza, sucroza palmitat, và sucroza myristat; và chất hoạt động bề mặt không ion dạng polyetylen glycol như polyoxyetylen alkyl ete, polyoxyetylen alkylphenyl ete, và polyoxyetylen polyoxypropylen glycol. Trong số các chất này, xét về độ ổn định chất phân tán, chất hoạt động bề mặt không ion dạng rượu polyhydric được ưu tiên, sorbitan stearat và sucroza stearat được ưu tiên hơn, và sucroza stearat được ưu tiên hơn nữa. Tác nhân phân tán có thể là dạng đơn lẻ hoặc hỗn hợp của nhiều loại.

Xét về độ ổn định chất phân tán, tác nhân phân tán có thể là một chất hoạt động bề mặt có độ cân bằng ưa nước-ưa mỡ (HLB) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 4 đến 30, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 5 đến 20, và tốt nhất là

nằm trong khoảng từ 6 đến 10, giá trị HLB có thể được tính bằng “ $HLB = 7 + \Sigma$ (số nhóm ưa nước) – Σ (số nhóm kỵ nước)” theo công thức của Davis (xem Takashi Takeuchi, “Kaimen kasseizai (Chất hoạt động bề mặt),” Yoneda Shuppan, 1999).

Xét về việc phân tán thành phần pha nước trong thành phần pha dầu, lượng tác nhân phân tán tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 0,3 phần khối lượng và tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 0,5 phần khối lượng, đối với 100 phần khối lượng tổng các monome. Xét về việc giảm khối lượng hỗn hợp trong hạt polyme ưa nước, khối lượng tác nhân phân tán tốt hơn là ít hơn hoặc bằng 20 phần khối lượng, tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 10 phần khối lượng, tốt nhất là ít hơn hoặc bằng 5 phần khối lượng, và còn tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 2 phần khối lượng, đối với 100 phần khối lượng của tổng các monome.

(3) Các thành phần tùy ý khác

Thành phần pha dầu có thể chứa các thành phần khác mà không ảnh hưởng đến bước 1: bước điều chỉnh chất phân tán và bước 3: bước polyme hóa dưới đây.

2. Thành phần pha nước

Thành phần pha nước là một dung dịch nước chứa monome ưa nước, chất khơi mào polyme hóa, và nước.

(1) Monome ưa nước

Ví dụ về monome ưa nước bao gồm: monome vinyl và/hoặc muối của

chúng bao gồm nhóm cation như nhóm amino, nhóm amoni, nhóm pyridyl, và nhóm imino (sau đây được gọi là “monome cation”); monome vinyl bao gồm nhóm không ion ưa nước như nhóm hydroxy, nhóm amit, nhóm este, và nhóm ete (sau đây được gọi là “monome không ion”); monome vinyl và/hoặc muối của chúng bao gồm nhóm anion như nhóm cacboxy, nhóm sulfonic, và nhóm phosphat (sau đây được gọi là “monome anion”); và monome vinyl bao gồm nhóm ion lưỡng tính ưa nước và có cấu trúc betain (sau đây được gọi là “monome lưỡng tính”). Ví dụ về monome ưa nước cũng bao gồm monome vinyl liên kết chéo bao gồm ít nhất hai nhóm phản ứng không no trong một phân tử (sau đây được gọi là “monome liên kết ngang”).

Xét về việc gia tăng chức năng và cảm giác, ít nhất một trong số các monome cation hoặc monome không ion tốt hơn là được dùng như một thành phần monome ưa nước. Xét về độ dính bám của dung môi, khối lượng monome cation hoặc monome không ion tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 70 % khối lượng, tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 80 % khối lượng, tốt nhất là lớn hơn hoặc bằng 95 % khối lượng, và còn tốt hơn nữa là 100 % khối lượng, đối với tổng lượng monome ngoại trừ monome liên kết ngang.

Xét về việc gia tăng độ nhớt của dung dịch nước thu được bằng cách hòa tan hạt polyme ưa nước trong nước, monome liên kết ngang có thể được sử dụng như một thành phần của monome ưa nước. Khối lượng monome liên kết ngang tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 0,005 phần khối lượng và tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 0,01 phần khối lượng, đối với 100 phần khối lượng monome

ngoại trừ monome liên kết ngang. Xét về việc giảm độ nhớt của dung dịch nước thu được bằng cách hòa tan hạt polyme ưa nước trong nước và thời gian hòa tan, khối lượng monome liên kết ngang tốt hơn là ít hơn hoặc bằng 5 phần khối lượng, tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 1 phần khối lượng, tốt nhất là ít hơn hoặc bằng 0,1 % khối lượng, và còn tốt hơn nữa là 0,05 phần khối lượng, đối với 100 phần khối lượng monome ngoại trừ monome liên kết ngang.

(1-1) Monome cation

Xét về tính ổn định đặc tính vật lý của hạt polyme ưa nước thu được, monome cation tốt hơn là monome bao gồm nhóm amino hoặc muối amoni bậc 4, và tốt hơn nữa là monome bao gồm muối amoni bậc 4. Ví dụ monome bao gồm muối amoni bậc 4 chứa (meta)acrylat bao gồm nhóm muối amoni bậc 4 có tổng số lượng cacbon là 2 đến 44, (meta)acrylamit bao gồm muối amoni bậc 4 có tổng số lượng cacbon là 2 đến 44, styren bao gồm muối amoni bậc 4 có tổng số lượng cacbon là 2 đến 44, hợp chất dị vòng N-vinyl như vinyl pyridin, alkylvinyl ete bao gồm nhóm muối amoni bậc 4 có tổng số lượng cacbon là 2 đến 44, và monome vinyl có cấu trúc muối diallyl amoni bậc 4.

Xét về tính ổn định đặc tính vật lý của hạt polyme ưa nước thu được, trong số các monome kể trên, các ví dụ về monome chứa nhóm muối amoni bậc 4 được ưu tiên bao gồm monome chứa nhóm muối amoni bậc 4 thu được bằng cách thế (bậc bốn) dimethylaminoethyl(meta)acrylat, diethylaminoethyl(meta)acrylat, dimethylaminopropyl(meta)acrylamit, hoặc diethylaminopropyl(meta)acrylamit, tốt hơn là dimethylaminoethyl(meta)acrylat, chẳng hạn bằng dietyl sulfat.

(1-2) Monome không ion

Các ví dụ về monome không ion bao gồm rượu vinyl, (meta)acrylat bao gồm nhóm hydroxy alkyl có số lượng nguyên tử cacbon là từ 1 đến 8, (meta)acrylamit bao gồm nhóm hydroxy alkyl có số lượng nguyên tử cacbon là từ 1 đến 8, (meta)acrylat của rượu polyhydric, (meta)acrylamit, alkyl(meta)acrylamit có số lượng nguyên tử cacbon là từ 1 đến 8, dialkyl(meta)acrylamit có tổng số lượng nguyên tử cacbon là từ 2 đến 8, diacetone(meta)acrylamit, N-vinyl amit vòng, (meta)acrylat bao gồm nhóm alkyl có số lượng nguyên tử cacbon là từ 1 đến 8, và (meta)acrylamit bao gồm nhóm amit vòng. Xét về khả năng phản ứng của monome, trong số các chất nêu trên, alkyl(meta)acrylamit có số lượng nguyên tử cacbon là từ 1 đến 8 và dialkyl(meta)acrylamit có tổng số lượng nguyên tử cacbon là từ 2 đến 8 là được ưu tiên, và dialkyl(meta)acrylamit có tổng số lượng nguyên tử cacbon là từ 2 đến 8 là được ưu tiên hơn.

Ví dụ về monome trên cơ sở (meta)acrylamit được ưu tiên bao gồm dialkyl(meta)acrylamit có tổng số lượng nguyên tử cacbon là từ 2 đến 8 như N,N-dimetyl(meta)acrylamit và N,N-dietyl(meta)acrylamit. Trong số các chất này, N,N-dimetyl(meta)acrylamit là được ưu tiên hơn.

(1-3) Monome liên kết ngang

Monome liên kết ngang bao gồm ít nhất hai nhóm phản ứng không no trong phân tử. Ví dụ monome liên kết ngang bao gồm (meta)acrylat của rượu

polyhydric, acrylamit, các hợp chất divinyl, các hợp chất polyallyl, và (meta)acrylat của rượu không no. Xét về khả năng phản ứng của monome, trong số các chất này, etylen glycol di(meta)acrylat và polyetylen glycol di(meta)acrylat là được ưu tiên, polyetylen glycol di(meta)acrylat là được ưu tiên hơn, và polyetylen glycol dimetacrylat là được ưu tiên nhiều hơn.

(1-4) Monome anion

Ví dụ về monome anion chứa monome của axit cacboxylic bao gồm nhóm có khả năng polyme hóa không no, anhydrit axit của monome cacboxylic bao gồm nhóm có khả năng polyme hóa không no, monome của axit sulfonic bao gồm nhóm có khả năng polyme hóa không no, và monome của axit phosphoric bao gồm nhóm có khả năng polyme hóa không no. Trong số các monome này, monomer của axit cacboxylic bao gồm nhóm có khả năng polyme hóa không no, anhydrit axit của monome cacboxylic bao gồm nhóm có khả năng polyme hóa không no, và monome axit sulfonic bao gồm nhóm có khả năng polyme hóa không no là được ưu tiên.

Nhóm anion có thể làm trung hòa ở mức độ tùy ý của phản ứng trung hòa bằng chất kiềm. Trong trường hợp này, ví dụ về các cation ở dạng muối trong hạt polyme ưa nước sản xuất được bao gồm: amoni ion; ion trialkyl amoni có tổng số lượng nguyên tử cacbon của nhóm alkyl nằm trong khoảng từ 3 đến 54 như ion trimetylamoni và ion trietylamoni; ion hydroxy alkylamoni có số lượng nguyên tử cacbon là từ 2 đến 4; ion dihydroxy alkylamoni có tổng số lượng nguyên tử cacbon là từ 4 đến 8; ion trihydroxy alkylamoni có tổng số

lượng nguyên tử cacbon là từ 6 đến 12; ion kim loại kiềm; và ion kim loại kiềm thổ. Các phản ứng trung hòa này có thể được thực hiện với monome hoặc có thể được thực hiện sau khi sản xuất hạt polyme ưa nước.

(1-5) Monome lưỡng tính

Tốt hơn là monome lưỡng tính là ít nhất một trong số các monome bao gồm nhóm có khả năng polyme hóa không no và nhóm cacboxy betain hoặc monome bao gồm nhóm có khả năng polyme hóa không no và nhóm sulfobetain. Ví dụ về monome lưỡng tính bao gồm N-metacroyletyl-N, N-dimetylamoni N-metylcacboxybetain, và 3-dimetyl(metacryloyloxyetyl)amoni propansulfonat.

(2) Chất khơi mào polyme hóa

Tốt hơn là chất khơi mào polyme hóa là chất khơi mào polyme hóa gốc. Xét về sự bắt đầu ổn định của phản ứng polyme hóa, chất khơi mào polyme hóa tốt hơn là chất khơi mào polyme hóa được hòa tan đồng đều trong thành phần pha nước. Ví dụ về chất khơi mào polyme hóa gốc bao gồm hydrogen peroxit, peroxit hữu cơ, muối của chúng, peroxit vô cơ, muối của chúng, các hợp chất trên cơ sở azobis, và chất khơi mào polyme hóa trên cơ sở oxy hóa khử như sự kết hợp của hợp chất trên cơ sở azobis và chất khử.

Xét về việc tăng sự chuyển hóa của phản ứng polyme hóa và giảm lượng monome còn tồn lại, nhiệt độ chu kỳ bán hủy 10 giờ của chất khơi mào polyme hóa tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 10°C, tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 30°C, và tốt nhất là lớn hơn hoặc bằng 50°C. Xét về việc giảm lượng chất khơi

mào polyme hóa còn tồn lại trong thành phần pha nước, nhiệt độ chu kỳ bán hủy 10 giờ của chất khơi mào polyme hóa tốt hơn là ít hơn hoặc bằng 100°C , tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 80°C , và tốt nhất là ít hơn hoặc bằng 60°C . Chẳng hạn, 56°C .

Cụ thể, ví dụ về chất khơi mào polyme hóa bao gồm: peroxit hữu cơ như t-butyl peroxit, t-amyl peroxit, cumyl peroxit, benzoyl peroxit, 2,2'-azobisisobutyronitril, 2,2'-azobis(2-amidinopropan) dihydroclorua, và 2,2'-azobis(2-(5-metyl-2-imidazolin-2-yl) dihydroclorua; persulfat như natri persulfat, kali persulfat, và amoni persulfat; hydrogen peroxit; và các hợp chất của persulfat và tertiary amin như trietylamin, trietanolamin, và dietylanilin. Xét về tốc độ phản ứng, tốt hơn là peroxit hữu cơ hữu cơ là, 2,2'-azobisisobutyronitril, 2,2'-azobis(2-amidinopropan) dihydroclorua, và 2,2'-azobis(2-(5-metyl-2-imidazolin-2-yl) dihydroclorua là được ưu tiên hơn, và 2,2'-azobis(2-amidinopropan dihydroclorua được ưu tiên nhiều hơn. Chất khơi mào polyme hóa có thể là các thành phần đơn lẻ hoặc hỗn hợp của nhiều chất.

Xét về việc gia tăng mức chuyển hóa của phản ứng polyme hóa và giảm lượng monome còn sót lại, tốt hơn là khối lượng chất khơi mào polyme hóa lớn hơn hoặc bằng 0,01 phần khối lượng, tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 0,05 phần khối lượng, và tốt nhất là lớn hơn hoặc bằng 0,1 phần khối lượng, đối với 100 phần khối lượng của toàn bộ monome. Xét về việc giảm lượng thành phần được chuyển hóa từ chất khơi mào polyme hóa sau phản ứng polyme hóa, lượng chất khơi mào polyme hóa tốt hơn là ít hơn hoặc bằng 5 phần khối lượng, tốt

hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 3 phần khối lượng, và tốt nhất là ít hơn hoặc bằng 1 phần khối lượng, đối với 100 phần khối lượng của toàn bộ monome.

(3) Nước

Ví dụ về nước có thể là nước cất, nước khử ion, và nước vôi. Xét về việc phân tán thành phần pha nước trong thành phần pha dầu, lượng nước tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1 đến 50% thể tích (% thể tích), tốt hơn nữa là 5 đến 40 % thể tích, và tốt nhất là 10 đến 30 % thể tích, đối với tổng lượng thành phần pha dầu.

(4) Các thành phần tùy ý khác

Thành phần pha nước có thể chứa, như một thành phần cấu thành của chúng, chất phân tán và chất khơi mào polyme hóa được mô tả trên đây, nếu cần.

3. Phương pháp điều chế chất phân tán

Ví dụ về phương pháp điều chế chất phân tán bao gồm phương pháp điều chế chất phân tán bằng cách cung cấp thành phần pha nước chứa monome ưa nước, chất khơi mào polyme hóa, và nước vào thành phần pha dầu chứa dung môi kỵ nước, phương pháp điều chế chất phân tán bằng cách cung cấp monome ưa nước và nước từ lỗ cung cấp và chất khơi mào polyme hóa từ lỗ cung cấp khác, cùng một lúc vào thành phần pha dầu chứa dung môi kỵ nước, và phương pháp điều chế chất phân tán bằng cách cung cấp monome ưa nước và nước vào thành phần pha dầu chứa dung môi kỵ nước và sau đó cung cấp chất khơi mào polyme hóa. Trong số các phương pháp này, xét về việc trộn đồng nhất chất

phân tán, phương pháp điều chế chất phân tán bằng cách cung cấp thành phần pha nước bao gồm monome ưa nước, chất khơi mào polyme hóa, và nước vào thành phần pha dầu chứa dung môi kỵ nước là được ưu tiên.

Ví dụ về thiết bị phân tán dùng cho việc điều chế chất phân tán bao gồm thiết bị khuấy trộn trong bình phản ứng, máy trộn đều áp suất cao bao gồm bộ phận truyền động, máy trộn luồng, và máy khuấy tĩnh không có bộ phận truyền động. Trong số các thiết bị này, máy khuấy tĩnh được ưu tiên bởi khả năng phân tán công suất thấp và sự dễ dàng làm sạch và bảo dưỡng của que khuấy.

Trong trường hợp sử dụng máy khuấy tĩnh, chất phân tán trong đó thành phần pha nước phân tán trong thành phần pha dầu tốt hơn là thu được bằng cách đặt một đường ống tuần hoàn bên ngoài trong bình phản ứng, cho phép máy khuấy tĩnh can thiệp được đường ống tuần hoàn bên ngoài, và tuần hoàn thành phần pha nước và thành phần pha dầu trong đường ống tuần hoàn bên ngoài sao cho thành phần pha nước và thành phần pha dầu được phân bố trong máy khuấy tĩnh.

Trong trường hợp này, xét về việc tăng cường độ phân tán của máy khuấy tĩnh và giảm việc tiêu hao áp suất trong máy khuấy tĩnh, tốc độ dòng chảy chất lỏng của thành phần pha nước và pha dầu hoặc chất phân tán được phân bố trong máy khuấy tĩnh tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1000 L/phút, và tốt hơn nữa là 0,5 đến 500 L/phút. Xét về việc điều chỉnh sự bắt đầu của phản ứng polyme hóa, nhiệt độ thành phần pha nước và pha dầu hoặc chất phân tán được tuần hoàn trong đường ống tuần hoàn bên ngoài và được phân bố trong máy

khuấy tĩnh là ít hơn hoặc bằng nhiệt độ của monome khi bắt đầu polyme hóa, tốt hơn là ít hơn hoặc bằng 50°C, tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 40°C, và tốt nhất là ít hơn hoặc bằng 30°C, và xét về tính ổn định của chất phân tán, nhiệt độ tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 0°C và tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 10°C.

Xét về tính ổn định của chất phân tán và việc loại bỏ hữu hiệu dung môi kỵ nước từ hạt polyme ưa nước thu được bằng phản ứng polyme hóa, tốt hơn là cỡ hạt trung bình thể tích của thành phần pha nước trong chất phân tán thu được là lớn hơn hoặc bằng 0,1 μm , và tốt hơn là ít hơn hoặc bằng 10 μm và tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 7 μm .

Xét về năng suất và việc loại bỏ hữu hiệu dung môi kỵ nước từ hạt polyme ưa nước thu được bởi phản ứng polyme hóa, hệ số thay đổi cỡ hạt của thành phần pha nước tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 1% và tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 10%, và tốt hơn là ít hơn hoặc bằng 60% và tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 55%.

Bước 2: Bước giảm oxy hòa tan

Trong bước 2, để điều chỉnh thời gian bắt đầu phản ứng polyme hóa, nồng độ oxy hòa tan trong chất phân tán thu được trong bước 1 giảm đi.

Đối với dung môi kỵ nước, rất khó để đo giá trị tuyệt đối của nồng độ oxy hòa tan bằng oxy kế. Vì vậy, nồng độ oxy hòa tan của chất phân tán trong bước 2 có thể được thể hiện như một giá trị tương đối về nồng độ oxy hòa tan trước khi giảm nồng độ oxy hòa tan, nghĩa là, tỷ lệ giảm nồng độ oxy hòa tan

của chất phân tán. Xét về việc điều chỉnh sự bắt đầu phản ứng polyme hóa, tốt hơn nếu tỷ lệ giảm nồng độ oxy hòa tan trong chất phân tán là lớn hơn hoặc bằng 40%, tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 60%, tốt nhất là lớn hơn hoặc bằng 70%, còn tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 75%, và tốt nhất là lớn hơn hoặc bằng 80%, so với nồng độ oxy hòa tan khi bắt đầu giảm nồng độ oxy hòa tan trong bước 2. Xét về việc giảm thời gian cần thiết cho bước 2, tỷ lệ giảm nồng độ oxy hòa tan của chất phân tán tốt hơn là ít hơn hoặc bằng 99% và tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 90%.

Nồng độ oxy hòa tan có thể được đo theo phương pháp đã biết. Ví dụ về phương pháp đo nồng độ oxy hòa tan bao gồm phương pháp sử dụng oxy kế dạng pin điện và phương pháp sử dụng oxy kế dạng phân tích cực phổ.

Ví dụ về phương pháp giảm nồng độ oxy hòa tan trong chất phân tán bao gồm phương pháp thải khí trong bình phản ứng bảo quản chất phân tán được điều chế trong bước 1 để giảm áp suất của bình và sau đó đưa một khí trơ vào bình sao cho áp suất bình trở lại áp suất thông thường, phương pháp đưa khí trơ trực tiếp vào trong chất phân tán, phương pháp phân tán khí trơ vào mặt trên của bình phản ứng bảo quản chất phân tán, và phương pháp đưa khí trơ vào trong bình phản ứng để tăng áp suất, thải khí từ bình phản ứng sao cho áp suất của bình trở lại áp suất thông thường.

Trong số các phương pháp này, xét về việc giảm hữu hiệu oxy hòa tan trong chất phân tán, phương pháp thải khí trong bình phản ứng để giảm áp suất của bình và sau đó đưa khí trơ vào bình sao cho áp suất của bình trở lại áp suất

thông thường là được ưu tiên. Khí trơ ở đây được đề cập đến là khí trơ đối với phản ứng polyme hóa. Ví dụ về khí trơ bao gồm nitơ, argon, và heli. Xét về khả năng áp dụng công nghiệp và dễ dàng xử lý, nitơ là được ưu tiên. Khí trơ có thể là khí đơn lẻ của dạng đơn lẻ hoặc khí hỗn hợp bao gồm khí hỗn hợp của nhiều loại. Xét về việc giảm hữu hiệu nồng độ oxy hòa tan, áp suất giảm tốt hơn là ít hơn hoặc bằng 40 kPa (áp suất tuyệt đối) và tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 30 kPa (áp suất tuyệt đối). Xét về việc giảm tải trọng của thiết bị chân không, áp suất giảm tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 1 kPa (áp suất tuyệt đối), tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 3 kPa (áp suất tuyệt đối), tốt nhất là lớn hơn hoặc bằng 10 kPa (áp suất tuyệt đối), và còn tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 20 kPa (áp suất tuyệt đối).

Hoạt động thải khí trong bình phản ứng phải sao cho áp suất của bình trở lại áp suất thông thường với khí trơ được ưu tiên lặp đi lặp lại để giảm nồng độ oxy hòa tan. Xét về việc giảm nồng độ oxy hòa tan, số lần lặp lại tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 2 lần (hai lần), tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 3 lần, và tốt nhất là lớn hơn hoặc bằng 4 lần. Xét về việc nâng cao năng suất, thời gian lặp lại tốt hơn là ít hơn hoặc bằng 10 lần, tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 8 lần, và tốt nhất là ít hơn hoặc bằng 6 lần.

Xét về tính ổn định của chất phân tán, nhiệt độ của chất phân tán trong bước 2 tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 0°C, tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 10°C, tốt nhất là lớn hơn hoặc bằng 20°C, và còn tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 25°C. Xét về việc điều chỉnh việc bắt đầu phản ứng polyme hóa, nhiệt độ chất

phân tán trong bước 2 tốt hơn là ít hơn hoặc bằng 50°C , tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 40°C , tốt nhất là ít hơn hoặc bằng 35°C , và còn tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 30°C .

Bước 3: Bước polyme hóa

Trong bước 3, trong khi chất phân tán có nồng độ oxy hòa tan được giảm đi trong bước 2 được khuấy trong bình phản ứng và oxy được cung cấp cho bình phản ứng, chất phân tán được gia nhiệt trong bình phản ứng sao cho nhiệt độ chất phân tán tăng lên, qua đó polyme hóa monome ưa nước trong pha nước. Theo cách này, hạt polyme ưa nước được phân tán trong thành phần pha dầu trong chất phân tán thu được.

Thời điểm khi việc gia nhiệt phản ứng polyme hóa bắt đầu trong bước 3 là sau 0,1 giờ trở lên và 3,5 giờ trở xuống từ khi bắt đầu giảm nồng độ oxy hòa tan trong chất phân tán ở bước 2. Thời điểm khi việc gia nhiệt phản ứng polyme hóa bắt đầu trong bước 3 đề cập đến thời gian khi gia nhiệt chất phân tán trong bình phản ứng và có nồng độ oxy hòa tan được giảm đi trong bước 2 bắt đầu với việc cung cấp oxy vào bình phản ứng, ví dụ, thời gian khi tốc độ nhiệt độ tăng lên đạt tới 1°C trở lên trên mỗi giờ.

Xét về việc giảm một cách hiệu quả oxy được hòa tan trong chất phân tán trong bước 2, điều chỉnh thời gian bắt đầu phản ứng polyme hóa, và điều chỉnh độ nhớt của dung dịch nước trong đó hạt polyme ưa nước thu được được hòa tan, thời gian từ khi giảm nồng độ oxy hòa tan của chất phân tán bắt đầu

trong bước 2 đến khi gia nhiệt đối với phản ứng polyme hóa bắt đầu ở bước 3 lớn hơn hoặc bằng 0,1 giờ, tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 0,3 giờ, tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 0,5 giờ, tốt nhất là lớn hơn hoặc bằng 0,7 giờ, còn tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 0,9 giờ, và tốt nhất là lớn hơn hoặc bằng 1,0 giờ. Xét về việc điều chỉnh độ nhớt của dung dịch nước trong đó hạt polyme ưa nước thu được được hòa tan, thời gian ít hơn hoặc bằng 3,5 giờ, tốt hơn là ít hơn hoặc bằng 3 giờ, tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 2,5 giờ, tốt nhất là ít hơn hoặc bằng 2,0 giờ, còn tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 1,7 giờ, và tốt nhất là ít hơn hoặc bằng 1,3 giờ.

Xét về những vấn đề đã nêu trên đây, thời gian tốt hơn là trong khoảng từ 0,1 giờ đến hết 3,5 giờ, tốt hơn là trong khoảng từ 0,1 giờ đến hết 3 giờ, tốt hơn nữa là trong khoảng từ 0,1 giờ đến hết 2,5 giờ, tốt nhất là trong khoảng từ 0,1 giờ đến hết 2,0 giờ, còn tốt hơn nữa là trong khoảng từ 0,5 giờ đến hết 2,0 giờ, vẫn còn tốt hơn nữa là trong khoảng từ 0,7 giờ đến hết 2,0 giờ, còn tốt hơn nữa là trong khoảng từ 0,9 giờ đến hết 1,7 giờ, và vẫn còn tốt hơn nữa là trong khoảng từ 1,0 đến hết 1,3 giờ.

Trong phương pháp sản xuất hạt polyme ưa nước của phương án này, thời gian từ khi giảm nồng độ oxy hòa tan trong chất phân tán trong đó thành phần pha nước bao gồm monome ưa nước và chất khơi mào polyme hóa được phân tán trong thành phần pha dầu là dung môi kỵ nước bắt đầu khi việc gia nhiệt chất phân tán bắt đầu được điều chỉnh sao cho nồng độ oxy trong bình phản ứng trước khi phản ứng bắt đầu có thể được điều chỉnh một cách thích hợp

và thời gian bắt đầu phản ứng có thể được điều chỉnh tới một thời gian không đổi. Vì vậy, hạt polyme ưa nước có độ nhớt mong muốn có thể được sản xuất ổn định.

Xét về việc điều chỉnh thời gian khi phản ứng polyme hóa bắt đầu và việc điều chỉnh độ nhớt của dung dịch nước trong đó hạt polyme ưa nước thu được được hòa tan, tốc độ nhiệt độ tăng lên trong khi gia nhiệt ở bước 3 tốt hơn là ít hơn hoặc bằng 100°C mỗi giờ, tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 80°C mỗi giờ, tốt nhất là ít hơn hoặc bằng 70°C mỗi giờ, còn tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 60°C mỗi giờ, và vẫn còn tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 50°C mỗi giờ. Xét về việc giảm thời gian cần thiết cho nhiệt độ tăng lên, việc điều chỉnh thời gian khi phản ứng polyme hóa bắt đầu, và việc điều chỉnh độ nhớt của dung dịch nước trong đó polyme ưa nước thu được được hòa tan, nhiệt độ tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 1°C mỗi giờ, tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 5°C mỗi giờ, tốt nhất là lớn hơn hoặc bằng 10°C mỗi giờ, còn tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 20°C mỗi giờ, vẫn còn tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 35°C mỗi giờ, và còn tốt hơn nữa là 40°C mỗi giờ.

Xét về việc điều chỉnh độ nhớt của dung dịch nước trong đó hạt polyme ưa nước thu được được hòa tan, lượng oxy cung cấp cho chất phân tán trong bước 3 lớn hơn hoặc bằng 0,02 % thể tích mỗi giờ (sau đây được gọi là %/giờ), tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 0,05 % thể tích/giờ, tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 0,10 % thể tích/giờ, tốt nhất là lớn hơn hoặc bằng 0,20 % thể tích/giờ, và còn tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 0,30 % thể tích/giờ, và ít hơn

hoặc bằng 0,9 % thể tích/giờ, tốt hơn là ít hơn hoặc bằng 0,8 % thể tích/giờ, tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 0,7 % thể tích/giờ, tốt nhất là ít hơn hoặc bằng 0,6 % thể tích/giờ, còn tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 0,5 % thể tích/giờ, vẫn còn tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 0,45 % thể tích/giờ, và thậm chí tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 0,40 % thể tích/giờ, đối với thể tích của chất phân tán thu được trong bước 2 ở điều kiện tiêu chuẩn (25°C, 101,3 kPa (áp suất tuyệt đối)).

Xét về những điều đã nêu trên đây, lượng oxy cung cấp cho chất phân tán trong bước 3 là trong khoảng từ 0,02 % thể tích/giờ đến hết 0,9 % thể tích/giờ, tốt hơn là trong khoảng từ 0,05 % thể tích/giờ đến hết 0,8 % thể tích/giờ, tốt hơn nữa là trong khoảng từ 0,10 % thể tích/giờ đến hết 0,8 % thể tích/giờ, tốt nhất là trong khoảng từ 0,10 % thể tích/giờ đến hết 0,5 % thể tích/giờ, còn tốt hơn nữa là trong khoảng từ 0,10 % thể tích/giờ đến hết 0,45 % thể tích/giờ, vẫn còn tốt hơn nữa là trong khoảng từ 0,30 % thể tích/giờ đến hết 0,45 % thể tích/giờ, và thậm chí tốt hơn nữa là trong khoảng từ 0,30 % thể tích/giờ đến hết 0,40 % thể tích/giờ, đối với thể tích của chất phân tán thu được trong bước 2 ở điều kiện tiêu chuẩn (25°C, 101,3 kPa (áp suất tuyệt đối)).

Phương pháp cung cấp oxy cho chất phân tán trong bước 3 có thể, nhưng không giới hạn ở, cung cấp oxy từ nguồn oxy như máy nén khí, xi lanh khí, hoặc bể chứa khí, và cung cấp oxy gây ra bởi việc rò rỉ do áp suất khác nhau giữa bình phản ứng và bên ngoài bình phản ứng khi áp suất bên trong bình phản ứng giảm. Oxy có thể được cung cấp vào khoảng trống bên trong bình phản ứng hoặc vào trong chất lỏng. Xét về việc tăng cường tỷ lệ hòa tan oxy trong chất

phân tán, oxy tốt hơn là được cung cấp vào trong chất lỏng.

Xét về việc khả năng vận hành, lượng oxy cung cấp cho chất phân tán trong bước 3 tốt hơn là được điều chỉnh bởi việc điều chỉnh độ mở của van đưa oxy vào, điều chỉnh độ giảm áp suất của bình phản ứng, hoặc điều chỉnh độ kín không khí của bình phản ứng, chẳng hạn.

Trong trường hợp sử dụng khí chứa oxy cho việc cung cấp oxy cho chất phân tán, xét về việc tăng cường tỷ lệ hòa tan oxy vào chất phân tán, hàm lượng oxy trong khí chứa oxy tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 1 % thể tích và tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 5 % thể tích. Xét về việc dễ dàng xử lý của khí chứa oxy, khối lượng tốt hơn là ít hơn hoặc bằng 50 % thể tích, và tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 40 % thể tích. Ví dụ khí chứa oxy bao gồm không khí.

Xét về việc thực hiện phản ứng polyme hóa ở nhiệt độ không đổi với sự hồi lưu của dung môi kỵ nước trong phản ứng, áp suất trong bình phản ứng trong bước 3 tốt hơn là ít hơn hoặc bằng 80 kPa (áp suất tuyệt đối) và tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 60 kPa (áp suất tuyệt đối). Xét về việc giảm tải trọng của thiết bị chân không, áp suất tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 1 kPa (áp suất tuyệt đối), tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 5kPa (áp suất tuyệt đối), tốt nhất là lớn hơn hoặc bằng 20 kPa (áp suất tuyệt đối), và còn tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 40 kPa (áp suất tuyệt đối).

Xét về việc tăng cường tốc độ phản ứng, nhiệt độ phản ứng trong bước 3, ví dụ, nhiệt độ của chất phân tán, tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 40°C, tốt hơn

nữa là lớn hơn hoặc bằng 45°C, và tốt nhất là lớn hơn hoặc bằng 50°C. Xét về việc điều chỉnh phản ứng polyme hóa, nhiệt độ phản ứng tốt hơn là ít hơn hoặc bằng 80°C, tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 75°C, tốt nhất là ít hơn hoặc bằng 70°C, và còn tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 60°C.

Xét về việc tăng năng suất, trong chất phân tán trong đó hạt polyme ưa nước thu được trong bước 3 được phân tán trong thành phần pha dầu, hàm lượng hạt polyme ưa nước ($((\text{khối lượng hạt polyme ưa nước} / (\text{khối lượng hạt polyme ưa nước} + \text{khối lượng thành phần pha dầu})) \times 100)$) tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 8 % khối lượng và tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 10 % khối lượng, và xét về việc tăng cường tính ổn định của chất phân tán, hàm lượng tốt hơn là ít hơn hoặc bằng 70 % khối lượng, tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 50 % khối lượng, tốt nhất là ít hơn hoặc bằng 30 % khối lượng, và còn tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 20 % khối lượng.

Xét về năng suất của hạt polyme ưa nước trong chất phân tán thu được trong bước 3, cỡ hạt trung bình thể tích của hạt polyme ưa nước tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 0,1 μm , và xét về việc loại bỏ hiệu quả dung môi kỵ nước từ hạt polyme ưa nước, cỡ hạt trung bình thể tích tốt hơn là ít hơn hoặc bằng 10 μm và tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 7 μm . Xét về việc loại bỏ hiệu quả dung môi kỵ nước từ hạt polyme ưa nước, hệ số biến đổi cỡ hạt của hạt polyme ưa nước tốt hơn là ít hơn hoặc bằng 60% và tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 55%. Cỡ hạt trung bình thể tích và hệ số biến đổi cỡ hạt của hạt polyme ưa nước có thể thu được bằng máy phân tích sự phân bố cỡ hạt nhiễu xạ/ tán xạ laser.

Bước 4: Bước loại nước

Phương pháp sản xuất theo phương án này có thể bao gồm bước 4, được thực hiện sau bước 3 trong đó thu được chất phân tán của hạt polyme ưa nước có hàm lượng nước giảm bằng cách loại nước chất phân tán thu được ở bước 3.

Cụ thể là, ví dụ, nhiệt độ của chất phân tán của hạt polyme ưa nước thu được ở bước 3 được tăng lên trong bình phản ứng để nước và dung môi kỵ nước đồng sôi, và hơi tạo ra được ngưng tụ bởi bình ngưng và cho phép để yên để cho hơi được tách ra thành nước và dung môi kỵ nước. Chỉ dung môi kỵ nước được tách ra là được hồi lưu trong bình phản ứng, trái lại chỉ nước được làm bay hơi để loại bỏ.

Trong bước 4, xét về việc tăng năng suất, nhiệt độ trong bình tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 60°C và tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 90°C, và xét về hiệu quả chi phí, nhiệt độ tốt hơn là ít hơn hoặc bằng 100°C và tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 95°C. Xét về việc giảm hàm lượng nước, thời gian loại nước tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 0,5 giờ và tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng một giờ, và xét về hiệu quả chi phí, thời gian loại nước tốt hơn là ít hơn hoặc bằng 50 giờ và tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 10 giờ. Áp suất trong bình giảm tới, ví dụ, 10 đến 100 kPa (áp suất tuyệt đối), nếu cần thiết.

Xét về việc nâng cao năng suất, hàm lượng hạt polyme ưa nước trong chất phân tán sau khi được loại nước tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 5 % khối

lượng, tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 8 % khối lượng, và tốt nhất là lớn hơn hoặc bằng 10 % khối lượng. Xét về việc giảm sự lắng đọng của hạt polyme ưa nước trong chất phân tán, hàm lượng tốt hơn là ít hơn hoặc bằng 70 % khối lượng, tốt hơn nữa là 50 % khối lượng, tốt nhất là ít hơn hoặc bằng 30 % khối lượng, và còn tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 20 % khối lượng.

Xét về năng suất của hạt polyme ưa nước, cỡ hạt trung bình thể tích của hạt polyme ưa nước tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 0,1 μm . Xét về việc loại bỏ hiệu quả dung môi kỵ nước từ hạt polyme ưa nước, cỡ hạt trung bình thể tích tốt hơn là ít hơn hoặc bằng 10 μm và tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 7 μm . Xét về việc loại bỏ hiệu quả dung môi kỵ nước từ hạt polyme ưa nước, hệ số biến đổi của hạt polyme ưa nước sau khi được loại nước tốt hơn là ít hơn hoặc bằng 60% và tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 55%.

Bước 5: Bước thay thế dung môi

Phương pháp sản xuất theo phương án này có thể bao gồm bước 5, được thực hiện sau bước 4 và trong đó chất phân tán của hạt polyme ưa nước mà dung môi kỵ nước của chất phân tán thu được bằng cách loại nước trong bước 4 được thay thế bởi dung môi thay thế thu được.

Cụ thể là, ví dụ, dung môi thay thế được thêm vào chất phân tán thu được bởi quá trình loại nước trong bước 4, và sau đó nhiệt độ của chất phân tán được tăng lên trong bình phản ứng sao cho dung môi kỵ nước được làm bay hơi để loại bỏ.

Trong bước 5, xét về việc tăng năng suất, nhiệt độ trong bình tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 60°C và tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 70°C, và xét về hiệu quả chi phí, nhiệt độ tốt hơn là ít hơn hoặc bằng 100°C và tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 90°C. Xét về quá trình làm bay hơi dung môi kỵ nước, thời gian làm bay hơi tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 0,5 giờ, tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 10 giờ, và tốt nhất là lớn hơn hoặc bằng 15 giờ, và xét về hiệu quả chi phí, thời gian làm bay hơi tốt hơn là ít hơn hoặc bằng 50 giờ, tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 40 giờ, và tốt nhất là ít hơn hoặc bằng 30 giờ. Xét về việc tăng năng suất, áp suất trong của bình tốt hơn là ít hơn hoặc bằng 100 kPa (áp suất tuyệt đối) và tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 50 kPa (áp suất tuyệt đối), và xét về hiệu quả chi phí, áp suất trong tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 10 kPa (áp suất tuyệt đối) và tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 20 kPa (áp suất tuyệt đối).

Ví dụ về dung môi thay thế bao gồm rượu polyhydric, các chất hoạt động bề mặt, dầu và chất béo. Xét về việc ngăn chặn sự kết tụ của các hạt ưa nước, dung môi thay thế tốt hơn là một chất hoạt động bề mặt. Dung môi thay thế có thể là một loại đơn lẻ hoặc hỗn hợp của nhiều loại dung môi.

Ví dụ chất hoạt động bề mặt bao gồm chất hoạt động bề mặt anion như polyoxyetylen alkyl ete sulfat, và chất hoạt động bề mặt không ion như polyoxyetylen alkyl ete và este của axit béo glyxerin. Xét về việc ngăn chặn sự kết tụ của các hạt ưa nước, chất hoạt động bề mặt tốt hơn là polyoxyetylen alkyl ete.

Xét về việc gia tăng tính ổn định trong bảo quản, điểm nóng chảy của

dung môi thay thế tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 10°C và tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 20°C. Xét về việc ngăn chặn sự bay hơi của dung môi thay thế trong bước thay thế dung môi, điểm sôi của dung môi thay thế dưới áp suất thông thường tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 101°C và tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 110°C.

Xét về việc ngăn chặn sự kết tụ của hạt polyme ưa nước, hàm lượng dung môi thay thế trong chất phân tán thu được bằng cách thay thế dung môi ở bước 5 ($((\text{lượng dung môi thay thế} / (\text{khối lượng hạt polyme ưa nước} + \text{khối lượng dung môi thay thế})) \times 100)$) tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 10 % khối lượng, tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 20 % khối lượng, tốt nhất là lớn hơn hoặc bằng 40 % khối lượng, và còn tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 50 % khối lượng, và xét về việc tăng năng suất, hàm lượng này tốt hơn là ít hơn hoặc bằng 90 % khối lượng, tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 80 % khối lượng, và tốt nhất là ít hơn hoặc bằng 70 % khối lượng.

Xét về việc ngăn chặn sự kết tụ của hạt polyme ưa nước, lượng dung môi thay thế được thêm vào so với tổng lượng monome được sử dụng cho việc polyme hóa hạt polyme ưa nước tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 0,3 kg dung môi thay thế cho mỗi kg của monome tổng, tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 0,5 kg của dung môi thay thế cho mỗi kg của monome tổng, tốt nhất là lớn hơn hoặc bằng 0,8 kg dung môi thay thế cho mỗi kg của monome tổng, và còn tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 1,0 kg dung môi thay thế cho mỗi kg của monome tổng. Xét về việc tăng năng suất, lượng dung môi thay thế tốt hơn là ít hơn hoặc bằng

10 kg dung môi thay thế cho mỗi kg của monome tổng, tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 8 kg dung môi thay thế cho mỗi kg của monome tổng, tốt nhất là ít hơn hoặc bằng 5 kg dung môi thay thế cho mỗi kg của monome tổng, và còn tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 2 kg dung môi thay thế cho mỗi kg của monome tổng.

Xét về việc tăng năng suất, hàm lượng hạt polyme ưa nước trong chất phân tán thu được bằng cách thay thế dung môi trong bước 5 ($(\text{khối lượng hạt polyme ưa nước} / (\text{khối lượng hạt polyme ưa nước} + \text{khối lượng dung môi thay thế})) \times 100$) tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 10 % khối lượng, tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 20 % khối lượng, và tốt nhất là lớn hơn hoặc bằng 30 % khối lượng. Xét về việc ngăn chặn sự kết tụ hạt polyme ưa nước, hàm lượng hạt polyme ưa nước tốt hơn là ít hơn hoặc bằng 90 % khối lượng, tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 80 % khối lượng, tốt nhất là ít hơn hoặc bằng 60 % khối lượng, và còn tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 50 % khối lượng. Hàm lượng hạt polyme ưa nước có thể được điều chỉnh bằng cách điều chỉnh khối lượng dung môi thay thế.

Cỡ hạt trung bình thể tích và hệ số biến đổi của hạt polyme ưa nước trong chất phân tán thu được trong bước 5 về cơ bản tương tự như của hạt polyme ưa nước thu được trong bước 4. Cỡ hạt trung bình thể tích của hạt polyme ưa nước tốt hơn là ít hơn hoặc bằng 10 μm , tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 7 μm , và tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 0,1 μm . Hệ số biến đổi của hạt polyme ưa nước tốt hơn là ít hơn hoặc bằng 60% và tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 55%.

Xét về việc cải thiện cảm giác của mỹ phẩm hoặc chất tẩy rửa chứa hạt polyme ưa nước, độ nhớt ở 30°C của dung dịch nước được điều chế bằng cách hòa tan chất phân tán thu được trong bước 5 trong nước với nồng độ hạt polyme ưa nước là 1,0 % khối lượng tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 1500 mPa.s, tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 1700 mPa.s, tốt nhất là lớn hơn hoặc bằng 2000 mPa.s, còn tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 2100 mPa.s, và vẫn còn tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 2300 mPa.s, và tốt hơn là ít hơn hoặc bằng 4000 mPa.s, tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 3300 mPa.s, tốt nhất là ít hơn hoặc bằng 2800 mPa.s, và còn tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 2600 mPa.s. Như sẽ được mô tả trong các ví dụ dưới đây, độ nhớt ở 30°C của dung dịch nước có thể được đo bằng máy đo độ nhớt dạng B.

Bước sấy khô và lọc

Bột của hạt polyme ưa nước có thể thu được bằng cách lọc hạt polyme ưa nước từ chất phân tán thu được trong bước bất kỳ trong số các bước 3, 4, và 5 theo phương pháp đã biết và sấy khô hàm lượng chất rắn thu được nếu cần. Trong trường hợp này, xét về việc giảm sự kết tụ của các hạt, tốt hơn là lọc và sấy khô lượng chất rắn của hạt polyme ưa nước từ chất phân tán thu được trong bước 4 hoặc 5.

Hạt polyme ưa nước thu được bằng phương pháp sản xuất theo phương án này có thể được sử dụng chất phụ gia của mỹ phẩm và/hoặc chất tẩy rửa, chất mang của các chất hóa học khác nhau, và tác nhân cải biến bề mặt cho giấy tự ghi.

Đối với phương án được đề cập trên đây, phương pháp sản xuất hạt polyme ưa nước sẽ được mô tả như sau.

<1> Phương pháp sản xuất hạt polyme ưa nước bao gồm:

bước 1 điều chế chất phân tán trong đó thành phần pha nước chứa monome ưa nước và chất khơi mào polyme hóa phân tán trong thành phần pha dầu chứa dung môi kỵ nước có độ tan là 1 % khối lượng hoặc ít hơn trong nước ở 25°C;

bước 2 giảm nồng độ oxy hòa tan của chất phân tán được điều chế ở bước 1; và

bước 3 polyme hóa monome ưa nước trong pha nước bằng cách cấp oxy vào bình phản ứng, khi oxy đang được cấp, thì gia nhiệt chất phân tán mà nồng độ oxy hòa tan của nó đã được làm giảm ở bước 2 trong bình phản ứng để nhiệt độ của chất phân tán tăng lên, trong đó:

thời gian từ khi bắt đầu giảm nồng độ oxy hòa tan của chất phân tán ở bước 2 đến khi bắt đầu việc gia nhiệt chất phân tán ở bước 3 lớn hơn hoặc bằng 0,1 giờ nhỏ hơn hoặc bằng 3,5 giờ, và

lượng oxy cung cấp cho bình phản ứng ở bước 3 lớn hơn hoặc bằng 0,02 % thể tích mỗi giờ, nhỏ hơn hoặc bằng 0,9 % thể tích mỗi giờ so với thể tích của chất phân tán, ở điều kiện tiêu chuẩn về nhiệt độ ở 25°C và áp suất tuyệt đối của 101,3 kPa.

<2> Trong phương pháp sản xuất hạt polyme ưa nước theo điểm <1>,

thời gian từ khi bắt đầu giảm nồng độ oxy hòa tan của chất phân tán trong bước 2 đến khi bắt đầu việc gia nhiệt chất phân tán trong bước 3 là lớn hơn hoặc bằng 0,1 giờ, và tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 0,3 giờ, tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 0,5 giờ, tốt nhất là lớn hơn hoặc bằng 0,7 giờ, còn tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 0,9 giờ, và vẫn còn tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 1,0 giờ, và ít hơn hoặc bằng 3,5 giờ, tốt hơn là ít hơn hoặc bằng 3 giờ, tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 2,5 giờ, tốt nhất là ít hơn hoặc bằng 2,0 giờ, còn tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 1,7 giờ, và vẫn còn tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 1,3 giờ.

<3> Trong phương pháp sản xuất hạt polyme ưa nước theo điểm <1>, thời gian từ khi bắt đầu giảm nồng độ oxy hòa tan của chất phân tán trong bước 2 đến khi bắt đầu việc gia nhiệt chất phân tán trong bước 3 là lớn hơn hoặc bằng 0,1 giờ nhỏ hơn hoặc bằng 3,5 giờ, tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 0,1 giờ nhỏ hơn hoặc bằng 3 giờ, tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 0,1 giờ nhỏ hơn hoặc bằng 2,5 giờ, tốt nhất là lớn hơn hoặc bằng 0,1 giờ nhỏ hơn hoặc bằng 2,0 giờ, còn tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 0,5 giờ nhỏ hơn hoặc bằng 2,0 giờ, vẫn còn tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 0,7 giờ nhỏ hơn hoặc bằng 2,0 giờ, thậm chí tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 0,9 giờ nhỏ hơn hoặc bằng 1,7 giờ, và vẫn còn tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 1,0 giờ nhỏ hơn hoặc bằng 1,3 giờ.

<4> Trong phương pháp sản xuất hạt polyme ưa nước theo điểm bất kỳ từ <1> đến <3>, lượng oxy cung cấp cho bình phản ứng trong bước 3 lớn hơn hoặc bằng 0,02 % thể tích/giờ mỗi giờ, tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 0,05 % thể tích/giờ, tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 0,10 % thể tích/giờ, tốt nhất là lớn

hơn hoặc bằng 0,20 % thể tích/giờ, và còn tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 0,30 % thể tích/giờ, và ít hơn hoặc bằng 0,9 % thể tích/giờ, tốt hơn là ít hơn hoặc bằng 0,8 % thể tích/giờ, tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 0,7 % thể tích/giờ, tốt nhất là ít hơn hoặc bằng 0,6 % thể tích/giờ, còn tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 0,5 % thể tích/giờ, vẫn còn tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 0,45 % thể tích/giờ, và thậm chí tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 0,40 % thể tích/giờ, đối với thể tích của chất phân tán thu được trong bước 2 ở điều kiện tiêu chuẩn với nhiệt độ là 25°C và áp suất tuyệt đối là 101,3 kPa.

<5> Trong phương pháp sản xuất hạt polyme ưa nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ <1> đến <3>, lượng oxy cung cấp cho bình phản ứng trong bước 3 là lớn hơn hoặc bằng 0,02 % thể tích/giờ và nhỏ hơn hoặc bằng 0,9 % thể tích/giờ, tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 0,05 % thể tích/giờ và nhỏ hơn hoặc bằng 0,8 % thể tích/giờ, tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 0,10 % thể tích/giờ và nhỏ hơn hoặc bằng 0,8 % thể tích/giờ, tốt nhất là lớn hơn hoặc bằng 0,10 % thể tích/giờ và nhỏ hơn hoặc bằng 0,5 % thể tích/giờ, còn tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 0,10 % thể tích/giờ nhỏ hơn hoặc bằng 0,45 % thể tích/giờ, vẫn còn tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 0,30 % thể tích/giờ nhỏ hơn hoặc bằng 0,45 % thể tích/giờ, và thậm chí tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 0,30 % thể tích/giờ nhỏ hơn hoặc bằng 0,40 % thể tích/giờ, so với thể tích chất phân tán thu được trong bước 2 ở điều kiện nhiệt độ tiêu chuẩn ở 25°C và áp suất tuyệt đối là 101,3 kPa.

<6> Trong phương pháp sản xuất hạt polyme ưa nước theo điểm bất kỳ

từ <1> đến <5>, phương pháp được sử dụng ở bước 1 điều chế chất phân tán tốt hơn là phương pháp điều chế chất phân tán bằng cách cung cấp thành phần pha nước bao gồm monome ưa nước, chất khơi mào polyme hóa, và nước vào thành phần pha dầu chứa dung môi kỵ nước, bước điều chế chất phân tán bằng cách cung cấp đồng thời monome ưa nước và nước vào thành phần pha dầu chứa dung môi kỵ nước thông qua lỗ cung cấp và cung cấp chất khơi mào polyme hóa vào thành phần pha dầu thông qua lỗ cung cấp khác, hoặc bước điều chế chất phân tán bằng cách cung cấp monome ưa nước và nước vào thành phần pha dầu chứa dung môi kỵ nước và sau đó cung cấp chất khơi mào polyme hóa vào thành phần pha dầu chứa dung môi kỵ nước, và tốt hơn nữa là bước điều chế chất phân tán bằng cách cung cấp thành phần pha nước chứa monome ưa nước, chất khơi mào polyme hóa, và nước vào thành phần pha dầu chứa dung môi kỵ nước.

<7> Trong phương pháp sản xuất polyme ưa nước theo điểm <6>, thiết bị phân tán sử dụng cho việc điều chế chất phân tán trong bước 1 tốt hơn là một máy trộn đều áp suất cao, một máy trộn luồng, hoặc một máy khuấy tĩnh, và tốt hơn nữa là máy khuấy tĩnh.

<8> Trong phương pháp sản xuất polyme ưa nước theo điểm <7>, trong trường hợp sử dụng máy khuấy tĩnh như thiết bị phân tán sử dụng trong việc điều chế chất phân tán trong bước 1, nhiệt độ của thành phần pha nước và thành phần pha dầu hoặc chất phân tán được phân bố trong máy khuấy tĩnh tốt hơn là ít hơn hoặc bằng 50°C, tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 40°C, và tốt nhất là ít hơn

hoặc bằng 30°C, và tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 0°C và tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 10°C.

<9> Trong phương pháp sản xuất hạt polyme ưa nước theo điểm bất kỳ từ <1> đến <8>, trong bước 2, đối với nồng độ oxy hòa tan của chất phân tán khi bắt đầu giảm nồng độ oxy hòa tan, nồng độ oxy hòa tan của chất phân tán tốt hơn là giảm tới lớn hơn hoặc bằng 40%, tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 60%, tốt nhất là lớn hơn hoặc bằng 70%, còn tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 75%, và vẫn còn tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 80%, và tốt hơn là giảm đến ít hơn hoặc bằng 99% và tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 90%.

<10> Trong phương pháp sản xuất hạt polyme ưa nước theo điểm bất kỳ từ <1> đến <9>, bước giảm nồng độ oxy hòa tan của chất phân tán trong bước 2 tốt hơn là bước xả khí trong bình phản ứng lưu trữ chất phân tán được điều chế trong bước 1 để giảm áp suất của bình phản ứng và sau đó đưa khí trơ vào trong bình phản ứng để áp suất của bình phản ứng trở lại áp suất thông thường, bước đưa khí trơ trực tiếp vào trong chất phân tán, bước phân tán khí trơ trên khoảng trống của bình phản ứng lưu trữ chất phân tán, hoặc bước đưa khí trơ vào trong bình phản ứng để làm tăng áp suất của bình phản ứng và sau đó xả khí từ bình phản ứng để áp suất của bình phản ứng trở lại áp suất thông thường, và tốt hơn nữa là bước xả khí trong bình phản ứng lưu trữ chất phân tán được điều chế trong bước 1 để giảm áp suất của bình phản ứng và sau đó đưa khí trơ vào trong bình phản ứng để áp suất của bình phản ứng trở lại áp suất thông thường.

<11> Trong phương pháp sản xuất hạt polyme ưa nước theo điểm <10>, trong trường hợp ở bước giảm nồng độ oxy hòa tan của chất phân tán trong bước 2 là bước xả khí trong bình phản ứng lưu trữ chất phân tán được điều chế trong bước 1 để làm giảm áp suất của bình phản ứng và sau đó đưa khí trơ vào trong bình phản ứng để áp suất của bình phản ứng trở lại áp suất thông thường, khí trơ được đưa vào tốt hơn là ni tơ, argon, or heli, và tốt hơn nữa là ni tơ.

<12> Trong phương pháp sản xuất hạt polyme ưa nước theo điểm <10> hoặc <11>, trong trường hợp khi bước giảm nồng độ oxy hòa tan của chất phân tán trong bước 2 là bước xả khí trong bình phản ứng lưu trữ chất phân tán được điều chế trong bước 1 để giảm áp suất của bình phản ứng và sau đó đưa khí trơ vào trong bình phản ứng để áp suất của bình phản ứng trở lại áp suất thông thường, áp suất giảm tốt hơn là ít hơn hoặc bằng 40 kPa (áp suất tuyệt đối) và tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 30 kPa (áp suất tuyệt đối), và tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 1 kPa (áp suất tuyệt đối), tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 3 kPa (áp suất tuyệt đối), tốt nhất là lớn hơn hoặc bằng 10 kPa (áp suất tuyệt đối), và còn tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 20 kPa (áp suất tuyệt đối).

<13> Trong phương pháp sản xuất hạt polyme ưa nước theo điểm bất kỳ từ <10> đến <12>, trong trường hợp bước giảm nồng độ oxy hòa tan của chất phân tán trong bước 2 là bước xả khí trong bình phản ứng lưu trữ chất phân tán được điều chế trong bước 1 để giảm áp suất của bình phản ứng và sau đó đưa khí trơ vào trong bình phản ứng để áp suất của bình phản ứng trở lại áp suất thông thường, số lần lặp đi lặp lại hoạt động xả khí trong bình phản ứng để áp

suất trở lại áp suất thông thường bằng khí trơ tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 2 lần (hai lần), tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 3 lần, và tốt nhất là lớn hơn hoặc bằng 4 lần, và tốt hơn là ít hơn hoặc bằng 10 lần, tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 8 lần, và tốt nhất là ít hơn hoặc bằng 6 lần.

<14> Trong phương pháp sản xuất hạt polyme ưa nước theo điểm bất kỳ từ <1> đến <13>, nhiệt độ của chất phân tán trong bước 2 tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 0°C, tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 10°C, tốt nhất là lớn hơn hoặc bằng 20°C, và vẫn còn tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 25°C, và tốt hơn là ít hơn hoặc bằng 50°C, tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 40°C, tốt nhất là ít hơn hoặc bằng 35°C, và còn tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 30°C.

<15> Trong phương pháp sản xuất hạt polyme ưa nước theo điểm bất kỳ từ <1> đến <14>, mức độ nhiệt độ tăng lên của chất phân tán trong bước 3 tốt hơn là ít hơn hoặc bằng 100°C mỗi giờ, tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 80°C mỗi giờ, tốt nhất là ít hơn hoặc bằng 70°C mỗi giờ, còn tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 60°C mỗi giờ, và thậm chí tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 50°C mỗi giờ, và tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 1°C mỗi giờ, tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 5°C mỗi giờ, tốt nhất là lớn hơn hoặc bằng 10°C mỗi giờ, còn tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 20°C mỗi giờ, vẫn còn tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 35°C mỗi giờ, và thậm chí tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 40°C mỗi giờ.

<16> Trong phương pháp sản xuất hạt polyme ưa nước theo điểm bất kỳ từ <1> đến <15>, trong bước 3, oxy tốt hơn là được cung cấp vào khoảng trống của bình phản ứng hoặc dung dịch trong bình phản ứng, và tốt hơn nữa là

được cung cấp vào dung dịch trong bình phản ứng.

<17> Trong phương pháp sản xuất hạt polyme ưa nước theo điểm bất kỳ từ <1> đến <16>, khí chứa oxy được sử dụng để cung cấp oxy cho chất phân tán trong bước 3, và hàm lượng oxy của khí chứa oxy tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 1 % thể tích và tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 5 % thể tích, tốt hơn là ít hơn hoặc bằng 50 % thể tích và tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 40 % thể tích.

<18> Trong phương pháp sản xuất hạt polyme ưa nước theo điểm bất kỳ từ <1> đến <17>, không khí được sử dụng để làm khí chứa oxy để cung cấp oxy cho chất phân tán trong bước 3.

<19> Trong phương pháp sản xuất hạt polyme ưa nước theo điểm bất kỳ từ <1> đến <18>, áp suất trong bình phản ứng trong bước 3 tốt hơn là ít hơn hoặc bằng 80 kPa (áp suất tuyệt đối) và tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 60 kPa (áp suất tuyệt đối), và tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 1 kPa (áp suất tuyệt đối), tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 5kPa (áp suất tuyệt đối), tốt nhất là lớn hơn hoặc bằng 20 kPa (áp suất tuyệt đối), và còn tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 40 kPa (áp suất tuyệt đối).

<20> Trong phương pháp sản xuất hạt polyme ưa nước theo điểm bất kỳ từ <1> đến <19>, nhiệt độ của chất phân tán trong bước 3 tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 40°C, tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 45°C, và tốt nhất là lớn hơn hoặc bằng 50°C, và tốt hơn là ít hơn hoặc bằng 80°C, tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 75°C, tốt nhất là ít hơn hoặc bằng 70°C, và còn tốt hơn nữa là ít hơn hoặc

bằng 60°C.

<21> Trong phương pháp sản xuất hạt polyme ưa nước theo điểm bất kỳ từ <1> đến <20>, lượng hạt polyme ưa nước trong chất phân tán trong đó hạt polyme ưa nước thu được trong bước 3 được phân tán trong thành phần pha dầu $((\text{khối lượng hạt polyme ưa nước} / (\text{khối lượng hạt polyme ưa nước} + \text{khối lượng thành phần pha dầu})) \times 100)$ tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 8 % khối lượng và tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 10 % khối lượng, và tốt hơn là ít hơn hoặc bằng 70 % khối lượng, tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 50 % khối lượng, tốt nhất là ít hơn hoặc bằng 30 % khối lượng, và còn tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 20 % khối lượng.

<22> Trong phương pháp sản xuất hạt polyme ưa nước theo điểm bất kỳ từ <1> đến <21>, dung môi kỵ nước trong thành phần pha dầu trong bước 1 tốt hơn là bao gồm ít nhất một dung môi được chọn từ nhóm bao gồm dung môi trên cơ sở hydrocacbon, dung môi trên cơ sở hydrocacbon được halogen hóa, và dung môi trên cơ sở hydrocacbon- isoparafin, và tốt hơn nữa là bao gồm dung môi trên cơ sở hydrocacbon, tốt nhất là ít nhất một hexan hoặc xyclohexan, và còn tốt hơn nữa là xyclohexan.

<23> Trong phương pháp sản xuất hạt polyme ưa nước theo điểm bất kỳ từ <1> đến <22>, lượng dung môi kỵ nước trong bước 1 tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng một, tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng hai, tốt nhất là lớn hơn hoặc bằng bốn, và còn tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng sáu, và tốt hơn là ít hơn hoặc bằng hai mươi, tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng mười bảy, tốt nhất là ít hơn hoặc

bằng mười lăm, và còn tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng mười lần khối lượng của tổng lượng monome.

<24> Trong phương pháp sản xuất hạt polyme ưa nước theo điểm bất kỳ từ <1> đến <23>, monome ưa nước trong bước 1 bao gồm ít nhất một trong các monome cation hoặc monome không ion.

<25> Trong phương pháp sản xuất hạt polyme ưa nước theo điểm <24>, khối lượng ít nhất một monome cation hoặc monome không ion tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 70 % khối lượng, tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 80 % khối lượng, tốt nhất là lớn hơn hoặc bằng 95 % khối lượng, và còn tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 100 % khối lượng, so với tổng lượng monome ngoại trừ monome liên kết ngang.

<26> Trong phương pháp sản xuất hạt polyme ưa nước theo điểm <24> hoặc <25>, monome cation tốt hơn là monome bao gồm nhóm amino hoặc nhóm amoni bậc 4, tốt hơn nữa là bao gồm monome bao gồm nhóm amoni bậc 4, tốt nhất là bao gồm ít nhất một (meta)acrylat bao gồm muối amoni bậc 4 có tổng số lượng nguyên tử cacbon là từ 2 đến 44 hoặc (meta)acrylamit bao gồm muối amoni bậc 4 có tổng số lượng nguyên tử cacbon là từ 2 đến 44, còn tốt hơn nữa là bao gồm muối amoni bậc 4 bao gồm nhóm monome thu được bằng cách thế bốn lần bằng, ví dụ, dietyl sulfat, ít nhất một monome được chọn từ nhóm bao gồm dimethylaminoethyl (meta) acrylat, diethylaminoethyl (meta)acrylat, dimethylaminopropyl(meta)acrylamit, và diethylaminopropyl(meta)acrylamit, và vẫn còn tốt hơn nữa là bao gồm muối amoni bậc 4 bao gồm nhóm monome thu

được bằng cách thế bốn lần dimethylaminoethyl(meta)acrylat bằng, ví dụ, diethyl sulfat.

<27> Trong phương pháp sản xuất hạt polyme ưa nước theo điểm bất kỳ từ <24> đến <26>, monome không ion tốt hơn là ít nhất một alkyl(meta)acrylamit có số lượng nguyên tử cacbon là từ 1 đến 8 hoặc dialkyl(meta)acrylamit có tổng số lượng nguyên tử cacbon là từ 2 đến 8, tốt hơn nữa là bao gồm dialkyl(meta)acrylamit có tổng số lượng nguyên tử cacbon là từ 2 đến 8, tốt nhất là ít nhất một N,N-dimetyl(meta)acrylamit hoặc N,N-dietyl(meta)acrylamit, và vẫn còn tốt hơn nữa là N,N-dimetyl(meta)acrylamit.

<28> Trong phương pháp sản xuất hạt polyme ưa nước theo điểm bất kỳ từ <1> đến <27>, monome ưa nước trong bước 1 là monome liên kết ngang.

<29> Trong phương pháp sản xuất hạt polyme ưa nước theo điểm <28>, lượng monome liên kết ngang tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 0,005 phần khối lượng và tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 0,01 phần khối lượng, và tốt hơn là ít hơn hoặc bằng 5 phần khối lượng, tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 1 phần khối lượng, tốt nhất là ít hơn hoặc bằng 0,1 phần khối lượng, và còn tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 0,05 phần khối lượng, đối với 100 phần khối lượng monome ngoại trừ monome liên kết ngang.

<30> Trong phương pháp sản xuất hạt polyme ưa nước theo điểm <28> hoặc <29>, monome liên kết ngang tốt hơn là (meta)acrylat của rượu polyhydric, tốt hơn nữa là ít nhất một etylen glycol di(meta)acrylat hoặc polyetylen glycol

di(meta)acrylat, tốt nhất là polyetylen glycol di(meta)acrylat, và còn tốt hơn nữa là polyetylen glycol dimetacrylat.

<31> Trong phương pháp sản xuất hạt polyme ưa nước theo điểm bất kỳ từ <1> đến <30>, chất khơi mào polyme hóa trong thành phần pha nước ở bước 1 là chất khơi mào polyme hóa gốc.

<32> Trong phương pháp sản xuất hạt polyme ưa nước theo điểm <31>, chất khơi mào polyme hóa gốc tốt hơn là ít nhất một loại được lựa chọn từ nhóm bao gồm hydrogen peroxit, peroxit hữu cơ, muối của chúng, peroxit hữu cơ vô cơ, muối của chúng, hỗn hợp gốc azobis, và chất khơi mào polyme hóa trên cơ sở oxy hóa khử dưới dạng tổ hợp của hỗn hợp gốc azobis và một chất khử; tốt hơn nữa là peroxit hữu cơ, tốt nhất là ít nhất một loại được lựa chọn từ nhóm bao gồm 2,2'-azobisisobutyronitril, 2,2'-azobis(2-amidinopropan) dihydroclorua, và 2,2'-azobis(2-(5-metyl-2-imidazolin-2-yl) dihydroclorua, và còn tốt hơn nữa là 2,2'-azobis(2-amidinopropan) dihydroclorua.

<33> Phương pháp sản xuất hạt polyme ưa nước theo điểm <31> hoặc <32>, nhiệt độ chu kỳ bán hủy 10 giờ của chất khơi mào polyme hóa gốc tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 10°C, tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 20°C, và tốt nhất là lớn hơn hoặc bằng 30°C, và tốt hơn là ít hơn hoặc bằng 100°C, tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 90°C, và tốt nhất là ít hơn hoặc bằng 80°C.

<34> Trong phương pháp sản xuất hạt polyme ưa nước theo điểm bất kỳ từ <1> đến <33>, lượng chất khơi mào polyme hóa trong thành phần pha

nước trong bước 1 tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 0,01 phần khối lượng, tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 0,05 phần khối lượng, tốt nhất là lớn hơn hoặc bằng 0,1 phần khối lượng, và tốt hơn là ít hơn hoặc bằng 5 phần khối lượng, tốt nhất là ít hơn hoặc bằng 3 phần khối lượng, và còn tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 1 phần khối lượng, so với 100 phần khối lượng monome tổng.

<35> Trong phương pháp sản xuất hạt polyme ưa nước theo điểm bất kỳ từ <1> đến <34>, khối lượng nước trong thành phần pha nước trong bước 1 tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1 đến 50 % thể tích, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 5 đến 40 % thể tích, và tốt nhất là nằm trong khoảng từ 10 đến 30 % thể tích, đối với tổng lượng thành phần pha dầu.

<36> Trong phương pháp sản xuất hạt polyme ưa nước theo điểm bất kỳ từ <1> đến <35>, chất phân tán được điều chế bằng cách sử dụng thành phần pha dầu là tác nhân phân tán trong bước 1.

<37> Trong phương pháp sản xuất hạt polyme ưa nước theo điểm <36>, tác nhân phân tán trong thành phần pha dầu tốt hơn là ít nhất một tác nhân được lựa chọn từ nhóm bao gồm chất hoạt động bề mặt không ion, hoạt động bề mặt anion, chất hoạt động bề mặt cation, và chất hoạt động bề mặt lưỡng tính, tốt hơn nữa nó là chất hoạt động bề mặt không ion, tốt nhất là chất hoạt động bề mặt polyhydric dạng rượu, còn tốt hơn nữa là ít nhất một sorbitan stearat hoặc sucroza stearat, và vẫn còn tốt hơn nữa là sucroza stearat.

<38> Trong phương pháp sản xuất hạt polyme ưa nước theo điểm <36>

hoặc <37>, tác nhân phân tán trong thành phần pha dầu là chất hoạt động bề mặt có độ cân bằng ưa nước - ưa chất béo tốt hơn là 4 đến 30, tốt hơn nữa là 5 đến 20, và tốt nhất là 6 đến 10.

<39> Trong phương pháp sản xuất hạt polyme ưa nước theo điểm bất kỳ từ <36> đến <38>, khối lượng tác nhân phân tán trong thành phần pha dầu tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 0,3 phần khối lượng và tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 0,5 phần khối lượng, và tốt hơn là ít hơn hoặc bằng 20 phần khối lượng, tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 10 phần khối lượng, tốt nhất là ít hơn hoặc bằng 5 phần khối lượng, và còn tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 2 phần khối lượng, so với 100 phần khối lượng tổng monome.

<40> Phương pháp sản xuất hạt polyme ưa nước theo điểm bất kỳ từ <1> đến <39> còn bao gồm bước 4 làm giảm hàm lượng nước bằng cách loại nước chất phân tán của hạt polyme ưa nước thu được trong bước 3.

<41> Trong phương pháp sản xuất hạt polyme ưa nước theo điểm <40>, bước 4 là bước làm tăng nhiệt độ của chất phân tán của hạt polyme ưa nước thu được trong bước 3 trong bình phản ứng để làm đồng sôi nước và dung môi kỵ nước, ngưng tụ hơi tạo thành trong bình ngưng, sau đó tách hơi thành nước và dung môi kỵ nước, làm bay hơi và chỉ loại bỏ nước được phân tách từ hơi.

<42> Trong phương pháp sản xuất hạt polyme ưa nước theo điểm <40> hoặc <41>, nhiệt độ trong bình ở bước 4 tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 60°C và tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 90°C, và tốt hơn là ít hơn hoặc bằng 100°C và

tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 95°C.

<43> Trong phương pháp sản xuất hạt polyme ưa nước theo điểm bất kỳ từ <40> đến <42>, lượng hạt polyme ưa nước trong chất phân tán sau khi được làm khô trong bước 4 tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 5 % khối lượng, tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 8 % khối lượng, và tốt nhất là lớn hơn hoặc bằng 10 % khối lượng, và tốt hơn là ít hơn hoặc bằng 70 % khối lượng, tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 50 % khối lượng, tốt nhất là ít hơn hoặc bằng 30 % khối lượng, và còn tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 20 % khối lượng.

<44> Phương pháp sản xuất hạt polyme ưa nước theo điểm bất kỳ từ <40> đến <43> còn bao gồm bước 5 thay thế, bởi một dung môi thay thế, dung môi kỵ nước trong chất phân tán của hạt polyme ưa nước được làm khô trong bước 4.

<45> Trong phương pháp sản xuất hạt polyme ưa nước theo điểm <44>, nhiệt độ trong bình trong bước 5 tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 60°C và tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 70°C, và tốt hơn là ít hơn hoặc bằng 100°C và tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 90°C.

<46> Trong phương pháp sản xuất hạt polyme ưa nước theo điểm <44> hoặc <45>, áp suất trong của bình trong bước 5 tốt hơn là ít hơn hoặc bằng 100 kPa (áp suất tuyệt đối) và tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 50 kPa (áp suất tuyệt đối), và tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 10 kPa (áp suất tuyệt đối) và tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 20 kPa (áp suất tuyệt đối).

<47> Trong phương pháp sản xuất hạt polyme ưa nước theo điểm bất kỳ từ <44> đến <46>, dung môi thay thế tốt hơn là ít nhất một dung môi được lựa chọn từ nhóm bao gồm rượu polyhydric, chất hoạt động bề mặt, dầu và chất béo, tốt hơn nữa là chất hoạt động bề mặt, tốt nhất là ít nhất một chất hoạt động bề mặt anion hoặc chất hoạt động bề mặt không ion, còn tốt hơn nữa là một chất hoạt động bề mặt không ion, vẫn còn tốt hơn nữa là ít nhất một polyoxyetyl alkyl ete hoặc este của axit béo glyxerin, và thậm chí tốt hơn nữa là polyoxyetylen alkyl ete.

<48> Trong phương pháp sản xuất hạt polyme ưa nước theo điểm bất kỳ từ <44> đến <47>, điểm nóng chảy của dung môi thay thế tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 10°C và tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 20°C.

<49> Trong phương pháp sản xuất hạt polyme ưa nước theo điểm bất kỳ từ <44> đến <48>, hàm lượng của dung môi thay thế trong chất phân tán tạo thành thu được bằng dung môi thay thế trong bước 5 (lượng dung môi thay thế / (khối lượng hạt polyme ưa nước + khối lượng dung môi thay thế) $\times$ 100) tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 10 % khối lượng, tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 20 % khối lượng, tốt nhất là lớn hơn hoặc bằng 40 % khối lượng, và còn tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 50 % khối lượng, và tốt hơn là ít hơn hoặc bằng 90 % khối lượng, tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 80 % khối lượng, và tốt nhất là ít hơn hoặc bằng 70 % khối lượng.

<50> Trong phương pháp sản xuất hạt polyme ưa nước theo điểm bất kỳ từ <44> đến <49>, lượng dung môi thay thế được thêm vào tổng lượng

monome để sử dụng cho việc polyme hóa hạt polyme ưa nước trong bước 5 tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 0,3 kg dung môi thay thế cho mỗi kg của monome tổng, tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 0,5 kg dung môi thay thế cho mỗi kg của monome tổng, tốt nhất là lớn hơn hoặc bằng 0,8 kg dung môi thay thế cho mỗi kg của monome tổng, và còn tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 1,0 kg dung môi thay thế cho mỗi kg của monome tổng, và tốt hơn là ít hơn hoặc bằng 10 kg dung môi thay thế cho mỗi kg của monome tổng, tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 8 kg dung môi thay thế cho mỗi kg của monome tổng, tốt nhất là ít hơn hoặc bằng 5 kg dung môi thay thế cho mỗi kg của monome tổng, và còn tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 2 kg dung môi thay thế cho mỗi kg của monome tổng.

<51> Trong phương pháp sản xuất hạt polyme ưa nước theo điểm bất kỳ từ <44> đến <50>, lượng hạt polyme ưa nước trong chất phân tán tạo thành thu được bởi dung môi thay thế trong bước 5 ($\frac{\text{khối lượng hạt polyme ưa nước}}{\text{khối lượng hạt polyme ưa nước} + \text{khối lượng dung môi thay thế}} \times 100$) tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 10 % khối lượng, tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 20 % khối lượng, và tốt nhất là lớn hơn hoặc bằng 30 % khối lượng, và tốt hơn là ít hơn hoặc bằng 90 % khối lượng, tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 80 % khối lượng, tốt nhất là ít hơn hoặc bằng 60 % khối lượng, và còn tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 50 % khối lượng.

<52> Trong phương pháp sản xuất hạt polyme ưa nước theo điểm bất kỳ từ <44> đến <51>, độ nhớt ở 30°C của dung dịch nước thu được bằng cách hòa tan chất phân tán thu được trong bước 5 trong nước sao cho nồng độ hạt

polyme ưa nước được điều chỉnh đến 1,0 % khối lượng tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 1500 mPa.s, tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 1700 mPa.s, tốt nhất là lớn hơn hoặc bằng 2000 mPa.s, còn tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 2100 mPa.s, và vẫn còn tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 2300 mPa.s, và tốt hơn là ít hơn hoặc bằng 4000 mPa.s, tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 3300 mPa.s, tốt nhất là ít hơn hoặc bằng 2800 mPa.s, và còn tốt hơn nữa là ít hơn hoặc bằng 2600 mPa.s.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Phương pháp đo

Phương pháp đo độ nhớt của dung dịch nước polyme ưa nước

Dung dịch nước có nồng độ hạt polyme ưa nước 1,0 % khối lượng thu được bằng cách thêm nước khử ion vào chất phân tán của hạt polyme ưa nước thu được trong ví dụ 1 đến 11 và ví dụ so sánh 1 đến 5 dưới đây và khuấy dung dịch nước thu được cho đến khi hạt polyme ưa nước được hòa tan hoàn toàn, và độ nhớt của dung dịch nước ở 30°C được xác định bằng máy đo độ nhớt dạng B (TVB-15, được sản xuất bởi TOKI SANGYO Co., Ltd.)

Phương pháp đo nồng độ oxy hòa tan

Trong ví dụ 1 đến 11 và ví dụ so sánh 1 đến 5 dưới đây, mỗi lần trước và sau khi giảm oxy hòa tan trong bước 2, chất phân tán được lấy ra từ cửa lấy mẫu ở đáy bình phản ứng, và nồng độ oxy hòa tan của chất phân tán được đo bằng oxy kế loại pin điện UC-12-SOL (được sản xuất bởi Central Kagaku Corp.). Sau đó, tỷ lệ phần trăm của giá trị tương đối của nồng độ oxy hòa tan sau

khi giảm oxy hòa tan so với nồng độ oxy hòa tan trước khi giảm oxy hòa tan là thu được, và được xác định là tỷ lệ giảm nồng độ oxy hòa tan.

Sản xuất hạt polyme ưa nước

Hạt polyme ưa nước trong ví dụ 1 đến 11 và ví dụ so sánh 1 đến 5 dưới đây được sản xuất. Bảng 1 và 2 thể hiện chi tiết và kết quả của quá trình sản xuất.

Ví dụ 1

Trong ví dụ 1, các bước 1 đến 5 được thực hiện như sau:

Bước 1: Bước điều chế chất phân tán

Bình phản ứng 100-L được cung cấp với 44,9 kg xyclohexan và 51,2 g tác nhân phân tán (sucroza stearat (HLB = 7), S-770 được sản xuất bởi Tập đoàn Thực phẩm Mitsubishi-Kagaku). Một bình monome 30-L được cung cấp 1,5 kg 90% dung dịch nước chứa muối dietyl sulfat bậc 4 là 2-(dimethylamino)etyl metacrylat (do Kao Corporation sản xuất), 3,8 kg N,N-dimetylacrylamit (được sản xuất bởi Công ty TNHH Kohjin), 1,1 g polyetylen glycol dimetacrylat (NK este 14G được sản xuất bởi Shin Nakamura Chemical Co., Ltd., khối lượng phân tử: 736), 7,3 kg nước khử ion, và 25,2 g chất khơi mào polyme hóa (2,2'-azobis(2-amidinopropan) dihydroclorua, V-50 được sản xuất bởi Wako Pure Chemical Industries, Ltd., nhiệt độ chu kỳ bán hủy 10-giờ: 56°C).

Sau đó, trong khi dung dịch hỗn hợp gồm xyclohexan và tác nhân phân tán được khuấy trong bình phản ứng, thành phần pha nước bao gồm monome và

chất khơi mào polyme hóa được cung cấp cho bình phản ứng từ bình monome, và sau đó hỗn hợp được khuấy tiếp tục, bằng cách đó thu được dung dịch hỗn hợp.

Sau đó, hỗn hợp dung dịch trong bình phản ứng được gia nhiệt tới 27°C, và hỗn hợp dung dịch được làm quay tròn trong một đường tròn trong đó máy khuấy tĩnh được đặt xen giữa, qua đó điều chế chất phân tán.

Trong khi chất phân tán thu được được khuấy trong bình phản ứng, nhiệt độ của chất phân tán được điều chỉnh tới 27 đến 28°C.

Bước 2: Bước giảm oxy hòa tan

Áp suất trong bình phản ứng được làm giảm từ áp suất khí quyển tới 26,7 kPa (áp suất tuyệt đối), và sau đó khí ni tơ được đưa vào trong bình phản ứng sao cho áp suất trở lại áp suất khí quyển. Điều này cũng được gọi là hoạt động thay thế ni tơ, ví dụ, hoạt động giảm nồng độ oxy hòa tan, được thực hiện năm lần tổng cộng. Tỷ lệ giảm nồng độ oxy hòa tan thu được bởi hoạt động này là 83%. Thời gian cần cho quá trình thay thế ni tơ là 1,4 giờ.

Bước 3: Bước polyme hóa

Áp suất trong của bình phản ứng được đặt là 57 kPa (áp suất tuyệt đối), và không khí (hàm lượng oxy: 21 % thể tích) được cung cấp làm nguồn khí chứa oxy vào chất phân tán. Lượng cung cấp oxy này được điều chỉnh là 0,60 % thể tích/giờ so với thể tích của chất phân tán trong bình phản ứng ở điều kiện tiêu chuẩn (25°C, 101,3 kPa (áp suất tuyệt đối)).

Sau 2,6 giờ từ khi bắt đầu quá trình thay thế ni tơ trong bước 2, tức là, bắt đầu giảm nồng độ oxy hòa tan, việc gia nhiệt chất phân tán được bắt đầu sao cho nhiệt độ của chất phân tán trong bình phản ứng tăng lên tới 54 đến 57°C, và phản ứng polyme hóa được thực hiện trong 40 phút trong phạm vi nhiệt độ này, qua đó thu được chất phân tán trong đó hạt polyme ưa nước được phân tán. Việc gia nhiệt chất phân tán được bắt đầu sau 0,2 giờ từ khi bắt đầu cung cấp oxy cho chất phân tán, ở đó tốc độ nhiệt độ tăng lên của chất phân tán là 50,8°C mỗi giờ.

Bước 4: Bước loại nước

Sau phản ứng polyme hóa trong bước 3, nhiệt độ vỏ bình phản ứng được đặt là 95°C, và xyclohexan và nước bị làm bay hơi và rời khỏi bình phản ứng, do đó thực hiện việc loại nước. Một phần nhỏ thu được bằng cách ngưng tụ hơi trong một bình ngưng, phân tách hơi ngưng tụ thành nước và xyclohexan trong khi để hơi nước đứng yên. Trong quá trình loại nước, xyclohexan tách ra được tiếp tục hồi lưu trong bình phản ứng, trái lại chỉ nước được làm bay hơi phải loại bỏ khỏi bình phản ứng. Thời gian cần cho việc loại nước là 6,9 giờ.

Bước 5: Bước thay thế dung môi

Bổ sung vào chất phân tán thu được ở bước 4, 6,5 kg polyoxyetylen alkyl ete (Emulgen 116 do Kao Corporation sản xuất, khối lượng phân tử: 891, điểm sôi: 25°C), nhiệt độ vỏ bọc được đặt ở 80°C, và áp suất bên trong của bình giảm đến 26,7 kPa (áp suất tuyệt đối), qua đó làm bay hơi và loại bỏ xyclohexan.

Sau đó, hỗn hợp dung dịch gồm 1,3 kg polyoxyetylen alkyl ete và 0,15

kg nước khử ion hóa được thêm vào chất phân tán, nhiệt độ vỏ bọc lại được đặt ở 80°C, và áp suất bên trong của bình giảm tới 40 kPa (áp suất tuyệt đối), qua đó thực hiện quá trình làm bay hơi lần thứ hai xyclohexan. Theo cách này, thu được chất phân tán bao gồm 5,2 kg hạt polyme ưa nước. Tổng thời gian cần để làm bay hơi là 23,1 giờ.

Độ nhớt ở 30°C của dung dịch nước được điều chế bằng cách hòa tan chất phân tán thu được trong nước với nồng độ hạt polyme ưa nước là 1,0 % khối lượng, là 3470 mPa.s. Dầu gội đầu có thành phần được thể hiện trong Bảng 3 và được điều chế bằng cách sử dụng chất phân tán bao gồm hạt polyme ưa nước thu được, thể hiện đủ độ mượt mà và cảm giác nhẹ nhàng khi xả.

Ví dụ 2

Trong ví dụ 2, quy trình tương tự như ở ví dụ 1 được thực hiện ngoại trừ lượng cung cấp oxy trong bước 3 là 0,35 % thể tích/giờ và việc gia nhiệt chất phân tán được bắt đầu sau 1,7 giờ kể từ khi bắt đầu quá trình thay thế ni tơ trong bước 2. Trong bước 2, tỷ lệ giảm nồng độ oxy hòa tan là 89%, và thời gian cần thiết cho quá trình thay thế ni tơ là 1,3 giờ. Trong bước 3, việc gia nhiệt chất phân tán được bắt đầu sau 0,2 giờ kể từ khi bắt đầu cung cấp oxy cho chất phân tán, và tốc độ nhiệt độ tăng lên của chất phân tán là 46,9°C mỗi giờ. Trong bước 4, thời gian cần thiết cho việc loại nước là 5,8 giờ. Trong bước 5, tổng thời gian cần thiết cho quá trình làm bay hơi là 21,1 giờ.

Độ nhớt ở 30°C của dung dịch nước được điều chế bằng cách hòa tan

chất phân tán thu được trong nước và đặt nồng độ hạt polyme ưa nước ở 1,0 % khối lượng là 2660 mPa.s.

Ví dụ 3

Trong ví dụ 3, quy trình tương tự như trong ví dụ 1 được thực hiện ngoại trừ lượng cung cấp oxy trong bước 3 là 0,35 % thể tích/giờ và việc gia nhiệt chất phân tán được bắt đầu sau 1,0 giờ kể từ khi bắt đầu quá trình thay thế ni tơ trong bước 2. Trong bước 2, tỷ lệ giảm nồng độ oxy hòa tan là 77%, và thời gian cần thiết cho quá trình thay thế ni tơ là 0,9 giờ. Trong bước 3, việc gia nhiệt chất phân tán được bắt đầu sau 0,1 giờ kể từ khi bắt đầu cung cấp oxy cho chất phân tán, và tốc độ nhiệt độ tăng lên của chất phân tán là 47,8°C mỗi giờ. Trong bước 4, thời gian cần thiết cho việc loại nước là 6,6 giờ. Trong bước 5, tổng thời gian cần thiết cho quá trình làm bay hơi là 20,7 giờ.

Độ nhớt ở 30°C của dung dịch nước được điều chế bằng cách hòa tan hệ phân tán thu được trong nước và đặt nồng độ hạt polyme ưa nước ở 1,0 % khối lượng là 2500 mPa.s. Dầu gội đầu có thành phần được thể hiện trong Bảng 3 và được điều chế bằng cách sử dụng chất phân tán bao gồm hạt polyme ưa nước thu được, thể hiện độ mượt mà cao và độ mượt lâu dài khi xả.

Ví dụ 4

Trong ví dụ 4, quy trình tương tự như ở ví dụ 1 được thực hiện ngoại trừ quá trình thay thế ni tơ trong bước 2 được thực hiện ba lần, lượng cung cấp oxy trong bước 3 là 0,35 % thể tích/giờ, và việc gia nhiệt chất phân tán được bắt

đầu sau 0,9 giờ kể từ khi bắt đầu quá trình thay thế ni tơ trong bước 2. Tỷ lệ giảm nồng độ oxy hòa tan trong bước 2 là 64%, và thời gian cần thiết cho quá trình thay thế ni tơ là 0,7 giờ. Trong bước 3, việc gia nhiệt chất phân tán được bắt đầu sau 0,2 giờ kể từ khi bắt đầu cung cấp oxy cho chất phân tán, và tốc độ nhiệt độ tăng lên của chất phân tán là 45,0°C mỗi giờ. Trong bước 4, thời gian cần thiết cho việc loại nước là 6,9 giờ. Trong bước 5, tổng thời gian cần thiết cho quá trình làm bay hơi là 24,2 giờ.

Độ nhớt ở 30°C của dung dịch nước được điều chế bằng cách hòa tan chất phân tán thu được trong nước và đặt nồng độ hạt polyme ưa nước ở 1,0 % khối lượng là 2180 mPa.s.

Ví dụ 5

Trong ví dụ 5, quy trình tương tự như trong ví dụ 1 được thực hiện ngoại trừ lượng cung cấp oxy trong bước 3 là 0,77 % thể tích/giờ và việc gia nhiệt chất phân tán được bắt đầu sau 1,6 giờ kể từ khi bắt đầu quá trình thay thế ni tơ trong bước 2. Trong bước 2, tỷ lệ giảm nồng độ oxy hòa tan là 82%, và thời gian cần thiết cho quá trình thay thế ni tơ là 1,3 giờ. Trong bước 3, việc gia nhiệt chất phân tán được bắt đầu sau 0,1 giờ kể từ khi bắt đầu cung cấp oxy cho chất phân tán, và tốc độ nhiệt độ tăng lên của chất phân tán là 43,4°C mỗi giờ. Trong bước 4, thời gian cần thiết cho việc loại nước là 6,7 giờ. Trong bước 5, thời gian cần thiết cho quá trình làm bay hơi là 21,0 giờ.

Độ nhớt ở 30°C của dung dịch nước được điều chế bằng cách hòa tan

chất phân tán thu được trong nước và đặt nồng độ hạt polyme ưa nước ở 1,0 % khối lượng là 1640 mPa.s. Dầu gội đầu có thành phần được thể hiện trong Bảng 3 và được điều chế bằng cách sử dụng chất phân tán bao gồm hạt polyme ưa nước thu được, có đủ độ mượt mà và cảm giác hơi sánh khi xả.

Ví dụ 6

Trong ví dụ 6, quy trình tương tự như trong ví dụ 1 được thực hiện ngoại trừ lượng cung cấp oxy trong bước 3 là 0,25 % thể tích/giờ và việc gia nhiệt chất phân tán được bắt đầu sau 1,1 giờ kể từ khi bắt đầu quá trình thay thế ni tơ trong bước 2. Trong bước 2, tỷ lệ giảm nồng độ oxy hòa tan là 60%, và thời gian cần thiết cho quá trình thay thế ni tơ là 0,9 giờ. Trong bước 3, việc gia nhiệt chất phân tán được bắt đầu sau 0,2 giờ kể từ khi bắt đầu cung cấp oxy cho chất phân tán, và tốc độ nhiệt độ tăng lên của chất phân tán là 46,3°C mỗi giờ. Trong bước 4, thời gian cần thiết cho việc loại nước là 7,7 giờ. Trong bước 5, tổng thời gian cần thiết cho quá trình làm bay hơi là 21,8 giờ.

Độ nhớt ở 30°C của dung dịch nước được điều chế bằng cách hòa tan chất phân tán thu được trong nước và đặt nồng độ hạt polyme ưa nước ở 1,0 % khối lượng là 2760 mPa.s.

Ví dụ 7

Trong ví dụ 7, bước 1 đến 5 được thực hiện như sau:

Bước 1: Bước điều chế chất phân tán

Bình phản ứng 5-L được cung cấp 2,2 kg xyclohexan và 2,6 g tác

nhân phân tán (sucroza stearat (HLB = 7)). Ngoài ra, một bình monome 1-L được cung cấp 75 g dung dịch nước 90% chứa muối sulfat bậc bốn là 2-(dimetylamin)etyl metacrylat, 190 g N,N-dimetylacrylamit, 0,06 g polyetylen glycol dimetacrylat, 365 g nước khử ion hóa, 1,3 g chất khơi mào polyme hóa (2,2'-azobis(2-amidinopropan) dihydroclorua).

Tiếp theo, trong khi xyclohexan và tác nhân phân tán được khuấy trong bình phản ứng, thành phần pha nước bao gồm monome và chất khơi mào polyme hóa được cung cấp cho bình phản ứng từ bình monome, và sau đó hỗn hợp được khuấy tiếp tục, bằng cách đó thu được hỗn hợp dung dịch.

Sau đó, hỗn hợp dung dịch trong bình phản ứng được gia nhiệt tới 36°C, và được trộn tiếp ở 9000 rpm trong 5 phút bằng máy trộn (T.K. ROBO MICS được sản xuất bởi Tokushu Kika Kogyo Co., Ltd.), bằng cách đó điều chế chất phân tán.

Trong khi chất phân tán thu được được khuấy trong bình phản ứng, nhiệt độ của chất phân tán được điều chỉnh tới 36 đến 37°C.

Bước 2: Bước giảm oxy hòa tan

Áp suất trong bình phản ứng được giảm từ áp suất khí quyển tới 26,7 kPa (áp suất tuyệt đối), và sau đó khí ni tơ được đưa vào trong bình phản ứng để cho áp suất trở lại áp suất khí quyển. Điều này được gọi là quá trình thay thế ni tơ được thực hiện năm lần tất cả. Tỷ lệ giảm nồng độ oxy hòa tan thu được bằng quá trình này là 61%. Thời gian cần thiết cho quá trình thay thế ni tơ là 0,2 giờ.

Bước 3: Bước polyme hóa

Áp suất bên trong của bình phản ứng được đặt ở 57 kPa (áp suất tuyệt đối), và không khí (hàm lượng oxy: 21 % thể tích) được cung cấp để làm khí chứa oxy vào chất phân tán. Lượng cung cấp oxy này được điều chỉnh ở mức 0,28 % thể tích/giờ so với thể tích của chất phân tán trong bình phản ứng ở điều kiện tiêu chuẩn (25°C, 101,3 kPa (áp suất tuyệt đối)).

Sau 0,3 giờ kể từ khi bắt đầu quá trình thay thế ni tơ trong bước 2, việc gia nhiệt chất phân tán được bắt đầu sao cho nhiệt độ của chất phân tán trong bình phản ứng tăng lên tới 54 đến 57°C, và phản ứng polyme hóa được thực hiện trong 40 phút trong khoảng nhiệt độ này, bằng cách đó thu được chất phân tán trong đó hạt polyme ưa nước được phân tán. Việc gia nhiệt chất phân tán được bắt đầu sau 0,1 giờ kể từ khi bắt đầu cung cấp oxy cho chất phân tán, khi đó tốc độ nhiệt độ tăng lên của chất phân tán là 15,3°C mỗi giờ.

Bước 4: Bước loại nước

Sau phản ứng polyme hóa trong bước 3, nhiệt độ vỏ bọc của bình phản ứng được đặt ở 95°C, và xyclohexan và nước được làm bay hơi và loại bỏ khỏi bình phản ứng, do đó thực hiện việc loại nước. Một phần nhỏ thu được bằng cách ngưng tụ hơi trong bình ngưng, tách hơi được ngưng tụ thành nước và xyclohexan trong khi để cho hơi đứng yên. Trong suốt quá trình loại nước, xyclohexan tách ra được tiếp tục hồi lưu trong bình phản ứng, trái lại chỉ có nước được làm bốc hơi để loại bỏ khỏi bình phản ứng. Thời gian cần thiết cho

quá trình loại nước là 4,9 giờ.

Bước 5: Bước thay thế dung môi

Bổ sung vào chất phân tán thu được ở bước 4, 325 g polyoxyetylen alkyl ete, nhiệt độ vỏ bọc được đặt ở 80°C, và áp suất bên trong của bình giảm tới 26,7 kPa (áp suất tuyệt đối), qua đó làm bay hơi và loại bỏ xyclohexan.

Sau đó, hỗn hợp dung dịch gồm 65 g polyoxyetylen alkyl ete và 7,5 g nước khử ion hóa được thêm vào chất phân tán, nhiệt độ vỏ bọc lại được đặt ở 80°C, và áp suất bên trong của bình giảm tới 40 kPa (áp suất tuyệt đối), qua đó thực hiện quá trình làm bay hơi lần thứ hai xyclohexan. Theo cách này, thu được chất phân tán bao gồm 259 g hạt polyme ưa nước. Tổng thời gian cần thiết cho quá trình làm bay hơi là 17,7 giờ.

Độ nhớt ở 30°C của dung dịch nước được điều chế bằng cách hòa tan chất phân tán thu được trong nước và đặt nồng độ hạt polyme ưa nước ở 1,0 % khối lượng là 1990 mPa.s.

Ví dụ 8

Trong ví dụ 8, quy trình tương tự như ở ví dụ 7 được thực hiện ngoại trừ nhiệt độ của chất phân tán trong bước 2 được điều chỉnh tới nhiệt độ nằm trong khoảng từ 16 đến 17°C. Vì vậy, trong bước 3, lượng cung cấp oxy được điều chỉnh tới mức 0,28 % thể tích/giờ so với thể tích của chất phân tán trong bình phản ứng ở điều kiện tiêu chuẩn (25°C, 101,3 kPa (áp suất tuyệt đối)), và việc gia nhiệt chất phân tán được bắt đầu sau 0,3 giờ kể từ khi bắt đầu quá trình

thay thế ni tơ trong bước 2. Trong bước 2, tỷ lệ giảm nồng độ oxy hòa tan là 69%, và thời gian cần thiết cho quá trình thay thế ni tơ là 0,2 giờ. Trong bước 3, việc gia nhiệt chất phân tán được bắt đầu sau 0,1 giờ kể từ khi bắt đầu cung cấp oxy cho chất phân tán, mức độ nhiệt độ tăng lên của chất phân tán là 18,6°C mỗi giờ. Trong bước 4, thời gian cần thiết cho việc loại nước là 3,5 giờ. Trong bước 5, tổng thời gian cần thiết cho quá trình làm bay hơi là 18,1 giờ.

[0176] Độ nhớt ở 30°C của dung dịch nước được điều chế bằng cách hòa tan chất phân tán thu được trong nước và đặt nồng độ hạt polyme ưa nước ở 1,0 % khối lượng là 2070 mPa.s.

Ví dụ 9

Trong ví dụ 9, quy trình tương tự như ở ví dụ 7 được thực hiện ngoại trừ lượng cung cấp oxy trong bước 3 là 0,13 % thể tích/giờ, việc gia nhiệt chất phân tán được bắt đầu sau 0,2 giờ kể từ khi bắt đầu quá trình thay thế ni tơ trong bước 2, và nhiệt độ của chất phân tán trong bước 2 được điều chỉnh tới nhiệt độ nằm trong khoảng từ 27 đến 28°C. Trong bước 2, tỷ lệ giảm nồng độ oxy hòa tan là 67%, và thời gian cần thiết cho quá trình thay thế ni tơ là 0,15 giờ. Trong bước 3, việc gia nhiệt chất phân tán được bắt đầu sau 0,05 giờ kể từ khi bắt đầu cung cấp oxy cho chất phân tán, tốc độ nhiệt độ tăng lên của chất phân tán là 16,4°C mỗi giờ. Trong bước 4, thời gian cần thiết cho việc loại nước là 4,8 giờ. Trong bước 5, tổng thời gian cần thiết cho quá trình làm bay hơi là 17,4 giờ.

Độ nhớt ở 30°C của dung dịch nước được điều chế bằng cách hòa tan

chất phân tán thu được trong nước và đặt nồng độ hạt polyme ưa nước ở 1,0 % khối lượng là 2060 mPa.s.

Ví dụ 10

Trong ví dụ 10, quy trình tương tự như trong ví dụ 1 được thực hiện ngoại trừ lượng cung cấp oxy trong bước 3 là 0,67 % thể tích/giờ, và việc gia nhiệt chất phân tán được bắt đầu sau 0,8 giờ kể từ khi bắt đầu quá trình thay thế ni tơ trong bước 2. Trong bước 2, tỷ lệ giảm nồng độ oxy hòa tan là 79%, và thời gian cần thiết cho quá trình thay thế ni tơ là 0,6 giờ. Trong bước 3, việc gia nhiệt chất phân tán được bắt đầu sau 0,2 giờ kể từ khi bắt đầu cung cấp oxy cho chất phân tán, tốc độ nhiệt độ tăng lên của chất phân tán là 65,1°C mỗi giờ.

Độ nhớt ở 30°C của dung dịch nước được điều chế bằng cách hòa tan chất phân tán thu được trong nước và đặt nồng độ hạt polyme ưa nước ở 1,0 % khối lượng là 1650 mPa.s. Trong bước 4, thời gian cần thiết cho quá trình loại nước là 7,5 giờ. Trong bước 5, tổng thời gian cần thiết cho quá trình làm bay hơi là 21, 8 giờ.

Ví dụ 11

Trong ví dụ 11, quy trình tương tự như ở ví dụ 7 được thực hiện ngoại trừ dung môi kỵ nước là hexan mạch thẳng, lượng cung cấp oxy trong bước 3 là 0,21 % thể tích/giờ, và nhiệt độ của chất phân tán trong bước 2 được điều chỉnh tới nhiệt độ nằm trong khoảng từ 27 đến 28°C. Vì vậy, trong bước 3, việc gia nhiệt chất phân tán được bắt đầu sau 0,3 giờ kể từ khi bắt đầu quá trình thay thế

ni tơ trong bước 2. Trong bước 2, tỷ lệ giảm nồng độ oxy hòa tan là 71%, và thời gian cần thiết cho quá trình thay thế ni tơ là 0,2 giờ. Trong bước 3, việc gia nhiệt chất phân tán được bắt đầu sau 0,1 giờ kể từ khi bắt đầu cung cấp oxy cho chất phân tán, mức độ nhiệt độ tăng lên của chất phân tán là 16,1°C mỗi giờ. Trong bước 4, thời gian cần thiết cho quá trình loại nước là 5,0 giờ. Trong bước 5, tổng thời gian cần thiết cho quá trình làm bay hơi là 18,3 giờ.

Độ nhớt ở 30°C của dung dịch nước được điều chế bằng cách hòa tan chất phân tán thu được trong nước và đặt nồng độ hạt polyme ưa nước ở 1,0 % khối lượng là 1780 mPa.s.

Ví dụ so sánh 1

Trong ví dụ so sánh 1, quy trình tương tự như trong ví dụ 1 được thực hiện ngoại trừ quá trình thay thế ni tơ trong bước 2 được thực hiện 10 lần, lượng cung cấp oxy trong bước 3 là 0,58 % thể tích/giờ, và việc gia nhiệt chất phân tán được bắt đầu sau 3,8 giờ kể từ khi bắt đầu quá trình thay thế ni tơ trong bước 2. Trong bước 2, tỷ lệ giảm nồng độ oxy hòa tan là 87%, và thời gian cần thiết cho quá trình thay thế ni tơ là 3,0 giờ. Trong bước 3, việc gia nhiệt chất phân tán được bắt đầu sau 0,3 giờ kể từ khi bắt đầu cung cấp oxy cho chất phân tán, tốc độ nhiệt độ tăng lên của chất phân tán là 52,8°C mỗi giờ. Trong bước 4, thời gian cần thiết cho quá trình loại nước là 7,0 giờ. Trong bước 5, tổng thời gian cần thiết cho quá trình làm bay hơi là 31,8 giờ.

Độ nhớt ở 30°C của dung dịch nước được điều chế bằng cách hòa tan

chất phân tán thu được trong nước và đặt nồng độ hạt polyme ưa nước 1,0 % khối lượng là 5330 mPa.s. Dầu gội đầu có thành phần được thể hiện trong Bảng 3 và được điều chế bằng cách sử dụng chất phân tán chứa hạt polyme ưa nước thu được, có độ rít cao khi gội. Vì vậy, rất khó trộn chất phân tán chứa hạt polyme ưa nước trong dầu gội đầu.

Ví dụ so sánh 2

Trong ví dụ so sánh 2, quy trình tương tự như trong ví dụ 1 được thực hiện ngoại trừ bước 2 không được thực hiện và quá trình gia nhiệt chất phân tán được bắt đầu với lượng cung cấp oxy trong bước 3 là 0,65 % thể tích/giờ. Trong bước 2, tỷ lệ giảm nồng độ oxy hòa tan là 0%. Trong bước 3, tốc độ nhiệt độ tăng lên của chất phân tán là 42,9°C mỗi giờ. Trong bước 4, thời gian cần thiết cho quá trình loại nước là 6,8 giờ. Trong bước 5, tổng thời gian cần thiết cho quá trình làm bay hơi là 22,3 giờ.

Độ nhớt ở 30°C của dung dịch nước được điều chế bằng cách hòa tan chất phân tán thu được trong nước và đặt nồng độ hạt polyme ưa nước ở 1,0 % khối lượng là 1450 mPa.s. Dầu gội đầu có thành phần được thể hiện trong Bảng 3 và được điều chế bằng cách sử dụng chất phân tán bao gồm hạt polyme ưa nước thu được, đem lại cảm giác nhớt khi gội. Vì vậy, rất khó trộn chất phân tán chứa hạt polyme ưa nước trong dầu gội đầu.

Ví dụ so sánh 3

Trong ví dụ so sánh 3, bước 1 đến 5 được thực hiện như sau:

Bước 1: Bước điều chế chất phân tán

Một bình phản ứng 10-L được cung cấp 4,5 kg xyclohexan và 5,1 g tác nhân phân tán (sucroza stearat). Ngoài ra, một bình monome 3-L được cung cấp 0,15 kg dung dịch nước 90% chứa dimetylaminetyl metacrylat diethylsulfat, 0,38 kg N,N-dimetylacrylamit, 0,11 g polyetylen glycol dimetacrylat, 0,73 kg nước khử ion hóa, và 2,5 g chất khơi mào polyme hóa (2,2'-azobis(2-amidinopropan) dihydroclorua).

Tiếp theo, trong khi xyclohexan và tác nhân phân tán được khuấy trong bình phản ứng, thành phần pha nước bao gồm monome và chất khơi mào polyme hóa được cung cấp cho bình phản ứng từ bình monome, và sau đó hỗn hợp được khuấy tiếp tục, bằng cách đó thu được hỗn hợp dung dịch.

Sau đó, hỗn hợp dung dịch trong bình phản ứng được gia nhiệt tới 27°C, và được trộn ở 9000 rpm trong 5 phút bằng máy trộn (T.K. ROBO MICS được sản xuất bởi Tokushu Kika Kogyo Co., Ltd.), bằng cách đó điều chế chất phân tán.

Trong khi chất phân tán thu được được khuấy trong bình phản ứng, nhiệt độ của chất phân tán được điều chỉnh tới nhiệt độ nằm trong khoảng từ 27 đến 28°C.

Bước 2: Bước giảm oxy hòa tan

Dưới áp suất khí quyển, khí ni tơ được cung cấp cho chất phân tán từ khoảng trống phía trên của bình phản ứng ở tốc độ dòng chảy 60 L mỗi giờ ở

điều kiện tiêu chuẩn (25°C, 101,3 kPa (áp suất tuyệt đối)) và khuấy liên tục trong 0,2 giờ để cho nồng độ oxy hòa tan trong chất phân tán giảm. Tỷ lệ giảm nồng độ oxy hòa tan ở bước này là 26%.

Bước 3: Bước polyme hóa

Sau khi việc giảm nồng độ oxy hòa tan đã được xác định, khuấy liên tục dưới áp suất khí quyển, và việc gia nhiệt chất phân tán được bắt đầu sau 0,3 giờ kể từ khi sự bắt đầu đưa khí ni tơ trong bước 2 được bắt đầu, tức là, giảm nồng độ oxy hòa tan. Vào lúc này, không có oxy được cung cấp cho bình phản ứng. Sau khi bắt đầu quá trình gia nhiệt, nhiệt độ chất phân tán trong bình phản ứng được tăng lên tới nhiệt độ nằm trong khoảng từ 54 đến 57°C, và phản ứng polyme hóa được thực hiện trong 40 phút trong phạm vi nhiệt độ này, qua đó thu được chất phân tán trong đó hạt polyme ưa nước được phân tán. Tốc độ nhiệt độ tăng lên của chất phân tán là 41,7°C mỗi giờ.

Bước 4: Bước loại nước

Sau phản ứng polyme hóa trong bước 3, nhiệt độ vỏ bình phản ứng được duy trì ở 95°C, và xyclohexan và nước được làm bay hơi và loại bỏ khỏi bình phản ứng, do đó thực hiện quá trình loại nước. Một phần nhỏ thu được bằng cách ngưng tụ hơi trong bình ngưng, tách hơi đã ngưng tụ thành nước và xyclohexan trong khi để cho hơi đứng yên. Trong suốt quá trình loại nước, xyclohexan tách ra được hồi lưu liên tục trong bình phản ứng, trái lại chỉ có nước được làm bay hơi để loại bỏ khỏi bình phản ứng. Thời gian cần thiết cho

quá trình loại nước là 5,4 giờ.

Bước 5: Bước thay thế dung môi

Bổ sung vào chất phân tán thu được trong bước 4, 0,65 kg polyoxyetylen alkyl ete, nhiệt độ vỏ bọc được đặt ở 80°C, áp suất bên trong của bình giảm tới 26,7 kPa (áp suất tuyệt đối), nhờ đó làm bay hơi và loại bỏ xyclohexan.

Vào thời điểm không thể quan sát thấy quá trình bay hơi xyclohexan bằng mắt, hỗn hợp dung dịch gồm 0,13 kg polyoxyetylen alkyl ete và 14,5 g nước được thêm vào, nhiệt độ vỏ bọc lại được đặt ở 80°C, và áp suất bên trong của bình giảm tới 40 kPa (áp suất tuyệt đối), qua đó thực hiện quá trình làm bay hơi xyclohexan lần thứ hai. Theo cách này, thu được chất phân tán bao gồm 0,52 kg hạt polyme ưa nước. Tổng thời gian cần thiết cho quá trình làm bay hơi là 18,7 giờ.

Độ nhớt ở 30°C của dung dịch nước được điều chế bằng cách hòa tan chất phân tán thu được trong nước và đặt nồng độ hạt polyme ưa nước ở 1,0 % khối lượng là 1080 mPa.s.

Ví dụ so sánh 4

Trong ví dụ so sánh 4, quy trình tương tự như trong ví dụ 1 được thực hiện ngoại trừ lượng cung cấp oxy trong bước 3 là 0,94 % thể tích/giờ và việc gia nhiệt chất phân tán được bắt đầu sau 0,9 giờ kể từ khi bắt đầu quá trình thay thế ni tơ trong bước 2. Trong bước 2, tỷ lệ giảm nồng độ oxy hòa tan là 61%, và

thời gian cần thiết cho quá trình thay thế ni tơ là 0,7 giờ. Trong bước 3, việc gia nhiệt chất phân tán được bắt đầu sau 0,2 giờ kể từ khi bắt đầu cung cấp oxy cho chất phân tán, và mức độ nhiệt độ tăng lên của chất phân tán là $43,1^{\circ}\text{C}$ mỗi giờ. Trong bước 4, thời gian cần thiết cho quá trình loại nước là 7,2 giờ. Trong bước 5, tổng thời gian cần thiết cho quá trình làm bay hơi là 21,9 giờ.

Độ nhớt ở 30°C của dung dịch nước được điều chế bằng cách hòa tan chất phân tán thu được trong nước và đặt nồng độ hạt polyme ưa nước ở 1,0 % khối lượng là 1170 mPa.s.

Ví dụ so sánh 5

Trong ví dụ so sánh 5, quy trình tương tự như ở ví dụ 7 được thực hiện ngoại trừ bước 3 được thực hiện dưới áp suất khí quyển, không có oxy được cung cấp cho chất phân tán trong bình phản ứng, và việc gia nhiệt chất phân tán được bắt đầu sau 1,1 giờ kể từ khi bắt đầu quá trình thay thế ni tơ trong bước 2. Trong bước 2, tỷ lệ giảm nồng độ oxy hòa tan là 81%, thời gian cần thiết cho quá trình thay thế ni tơ là 0,8 giờ. Trong bước 3, tốc độ nhiệt độ tăng lên của chất phân tán là $15,3^{\circ}\text{C}$ mỗi giờ. Trong bước 4, thời gian cần thiết cho quá trình loại nước là 3,9 giờ. Trong bước 5, tổng thời gian cần thiết cho quá trình làm bay hơi là 26,1 giờ.

Độ nhớt ở 30°C của dung dịch nước được điều chế bằng cách hòa tan chất phân tán thu được trong nước và đặt nồng độ hạt polyme ưa nước ở 1,0 % khối lượng là 4190 mPa.s.

Bảng 1

	Ví dụ										
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Thời gian từ khi giảm nồng độ oxy hòa tan trong bước 2 đến khi bắt đầu gia nhiệt chất phân tán trong bước 3 (giờ)	2,6	1,7	1,0	0,9	1,6	1,1	0,3	0,3	0,2	0,8	0,3
Lượng cung cấp oxy so với thể tích chất phân tán (% thể tích/giờ)	0,60	0,35	0,35	0,35	0,77	0,25	0,28	0,28	0,13	0,67	0,21
Tỷ lệ giảm nồng độ oxy hòa tan (%)	83	89	77	64	82	60	61	69	67	79	71
Nhiệt độ của chất phân tán trong bước 2 (°C)	27-28	27-28	27-28	27-28	27-28	27-28	36-37	16-17	27-28	27-28	27-28
Mức độ tăng nhiệt độ của chất phân tán	50,8	46,9	47,8	45,0	43,4	46,3	15,3	18,6	16,4	65,1	16,1

Bảng 2

	Ví dụ so sánh				
	1	2	3	4	5
Thời gian từ khi giảm nồng độ oxy hòa tan trong bước 2 đến khi bắt đầu gia nhiệt chất phân tán trong bước 3 (giờ)	3,8	-	0,3	0,9	1,1
Lượng cung cấp oxy so với thể tích hòa tan (% thể tích/giờ)	0,58	0,65	0	0,94	0
Tỷ lệ giảm nồng độ oxy hòa tan (%)	87	0	26	61	81
Nhiệt độ chất phân tán trong bước 2 (°C)	27–28	27–28	27–28	27–28	27–28
Mức độ nhiệt độ tăng lên của chất phân tán trong bước 3 (°C /giờ)	52,8	42,9	41,7	43,1	15,3
Độ nhớt của dung dịch polyme ưa nước (mPa·s)	5330	1450	1080	1170	4190
Dung môi kỵ nước	hexan dạng vòng	hexan dạng vòng	hexan dạng vòng	hexan dạng vòng	hexan dạng vòng

Bảng 3

<Thành phần>	<% khối lượng>
Polyoxyetylen(2)natri lauryl ete sulfat [EMAL 270S do Kao Corporation sản xuất]	18,6
Cocamidopropyl betain [AMPHITOL 55AB do Kao Corporation sản xuất]	5,0
Cocamido MEA [AMIZORU CME được sản xuất bởi Kawaken Fine Chemicals Co., Ltd.]	0,3
Chất phân tán chứa hạt polyme ưa nước	0,6
Dimethiconol [DC1785 được sản xuất bởi DOW CORNING Co., Ltd.	2,5
PEARL CONC. [SA-M2 do Kao Corporation sản xuất]	5,0
Nước hoa, metylparaben	Lượng thích hợp
Nước tinh khiết	Vừa đủ
Tổng cộng	100,0

Khả năng ứng dụng trong công nghiệp

Sáng chế hữu dụng cho phương pháp sản xuất hạt polyme ưa nước.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp sản xuất hạt polyme ưa nước, trong đó phương pháp này bao gồm:

bước 1 điều chế chất phân tán trong đó thành phần pha nước chứa monome ưa nước và chất khơi mào polyme hóa được phân tán trong thành phần pha dầu chứa dung môi kỵ nước có độ tan là 1 % khối lượng hoặc ít hơn trong nước ở 25°C;

bước 2 giảm nồng độ oxy hòa tan của chất phân tán được điều chế trong bước 1; và

bước 3 polyme hóa monome ưa nước trong pha nước bằng cách cung cấp oxy cho bình phản ứng và, trong quá trình oxy được cung cấp, gia nhiệt chất phân tán mà nồng độ oxy hòa tan của nó đã được làm giảm trong bước 2 trong bình phản ứng để nhiệt độ của chất phân tán tăng lên, trong đó:

thời gian từ khi bắt đầu giảm nồng độ oxy hòa tan của chất phân tán trong bước 2 đến khi bắt đầu gia nhiệt chất phân tán trong bước 3 là lớn hơn hoặc bằng 0,1 giờ và nhỏ hơn hoặc bằng 3,5 giờ, và

lượng oxy cung cấp cho bình phản ứng trong bước 3 là lớn hơn hoặc bằng 0,02 % thể tích mỗi giờ, và nhỏ hơn hoặc bằng 0,9 % thể tích mỗi giờ so với thể tích của chất phân tán, ở điều kiện tiêu chuẩn về nhiệt độ ở 25°C và áp suất tuyệt đối 101,3 kPa.

2. Phương pháp theo điểm 1, trong đó:

lượng oxy được cung cấp cho bình phản ứng trong bước 3 là lớn hơn hoặc bằng 0,1 % thể tích mỗi giờ, và nhỏ hơn hoặc bằng 0,7 % thể tích mỗi giờ so với thể tích của chất phân tán, ở điều kiện tiêu chuẩn về nhiệt độ ở 25°C và áp suất tuyệt đối 101,3 kPa.

3. Phương pháp theo điểm 1 hoặc 2, trong đó:

thời gian từ khi bắt đầu giảm nồng độ oxy hòa tan của chất phân tán trong bước 2 đến khi bắt đầu gia nhiệt chất phân tán trong bước 3 là lớn hơn hoặc bằng 0,3 giờ và nhỏ hơn hoặc bằng 2,0 giờ.

4. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó:

trong bước 3, mức độ nhiệt độ tăng lên của chất phân tán là lớn hơn hoặc bằng 5°C mỗi giờ, và nhỏ hơn hoặc bằng 100°C mỗi giờ.

5. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó:

trong bước 2, mức độ giảm nồng độ oxy hòa tan của chất phân tán là 40% hoặc cao hơn so với nồng độ oxy hòa tan của chất phân tán khi bắt đầu giảm nồng độ oxy hòa tan.

6. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5, trong đó:

trong bước 2, nồng độ oxy hòa tan của chất phân tán được giảm bằng cách giảm áp suất bên trong của bình phản ứng bảo quản chất phân tán được điều chế trong bước 1 và sau đó đưa khí trơ vào bình phản ứng để áp suất bên trong bình trở lại áp suất thông thường.

7. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6, trong đó:

trong bước 1, chất phân tán được điều chế bằng cách phân tán thành phần pha nước chứa chất khơi mào polyme hóa trước tiên cùng với monome ưa nước trong thành phần pha dầu chứa dung môi kỵ nước.

8. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 7, trong đó:

trong bước 2, nhiệt độ của chất phân tán là lớn hơn hoặc bằng 0°C , và nhỏ hơn hoặc bằng 50°C .

9. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 8, trong đó:

trong bước 1, thành phần pha dầu chứa tác nhân phân tán.

10. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 9, trong đó:

trong bước 3, oxy được cung cấp bằng cách sử dụng khí chứa oxy.

11. Phương pháp theo điểm 10, trong đó:

hàm lượng oxy trong khí chứa oxy sử dụng trong bước 3 là lớn hơn hoặc bằng 1 % thể tích, và nhỏ hơn hoặc bằng 50 % thể tích, so với khí chứa oxy.

12. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 11, trong đó:

polyme ưa nước bao gồm copolyme của monome vinyl có nhóm cation và/hoặc muối của chúng, monome vinyl có nhóm không ion ưa nước, và monome vinyl liên kết ngang có ít nhất hai nhóm phản ứng, không no trong một phân tử.

13. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 12, trong đó:

hạt polyme ưa nước là hạt dùng cho mỹ phẩm và/hoặc chất tẩy rửa.

14. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 13, trong đó phương pháp này còn bao gồm:

bước 4 giảm hàm lượng nước bằng cách loại nước của chất phân tán chứa hạt polyme ưa nước thu được trong bước 3.

15. Phương pháp theo điểm 14, trong đó phương pháp này còn bao gồm:

bước 5 thay thế dung môi kỵ nước trong chất phân tán chứa hạt polyme ưa nước đã được loại nước trong bước 4, bằng một dung môi thay thế.