



(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)



1-0030955

(51)<sup>2006.01</sup> C08F 220/18; A61K 8/86; A61Q 19/00; (13) B  
A61Q 19/10; C08F 220/06; A61K 8/81;  
C08F 220/40; C08F 220/42; C08F  
220/56; C08F 222/10; C08J 3/03

(21) 1-2017-04690

(22) 23/06/2016

(86) PCT/FR2016/051537 23/06/2016

(87) WO2016/207554 29/12/2016

(30) 1555751 23/06/2015 FR

(45) 25/02/2022 407

(43) 26/04/2018 361A

(73) COATEX (FR)

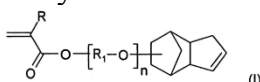
35 rue Ampère, 69730 Genay, France

(72) CHAMPAGNE, Clémentine (FR); BONY, Delphine (FR); SUAUX, Jean-Marc (FR);  
KENSICHER, Yves (FR); MAGNY, Benoît (FR).

(74) Công ty Luật TNHH Phạm và Liên danh (PHAM & ASSOCIATES)

(54) POLYME THU ĐƯỢC BẰNG PHẢN ỨNG POLYME HÓA GỐC HỖN HỢP  
MONOME, PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT POLYME NÀY, VÀ CHẾ PHẨM  
DẠNG NƯỚC ĐỂ CẢI BIẾN ĐẶC TÍNH LƯU BIẾN CHỨA POLYME NÀY

(57) Sáng chế đề cập đến polyme thu được bằng phản ứng polyme hóa gốc hỗn hợp monome chứa (a) ít nhất một monome dạng anion (a) có nhóm vinyl có thể polyme hóa, (b) ít nhất một monome kỵ nước dạng không ion (b) có nhóm vinyl có thể polyme hóa; và (c) ít nhất một monome liên kết ngang (c) chứa ít nhất một hợp chất có công thức (I), trong đó R là nguyên tử hydro hoặc nhóm methyl, n bằng 1; và R<sub>1</sub> là nhóm alkyl C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub> mạch thẳng hoặc mạch nhánh; phương pháp sản xuất polyme này; và chế phẩm dạng nước để cải biến đặc tính lưu biến chứa polyme này.



### **Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập**

Sáng chế đề cập đến polyme có thể được sử dụng làm chất cải biến đặc tính lưu biến cho chế phẩm dạng nước và có đặc tính làm đặc, độ trong suốt và đặc tính gây thấm ổn định cao.

### **Tình trạng kỹ thuật của sáng chế**

Chất cải biến đặc tính lưu biến, cũng được gọi là chất làm đặc hoặc chất cải biến độ nhớt, thường có trong chế phẩm làm sạch, ví dụ chế phẩm chăm sóc cá nhân hoặc chế phẩm vệ sinh, ví dụ mỹ phẩm, hoặc chế phẩm duy trì điều kiện vệ sinh sạch sẽ, như sản phẩm tẩy rửa. Các chất này ảnh hưởng đến đặc tính lưu biến (cụ thể là độ nhớt), và đặc tính thẩm mỹ (như độ trong suốt) của chế phẩm chứa nhiều chất hoạt động bề mặt, và khả năng gây thấm ổn định các hạt chứa trong chế phẩm này.

Ví dụ về chất cải biến đặc tính lưu biến thường được sử dụng trong chế phẩm dạng nước bao gồm polyme trương nở hoặc hòa tan trong kiềm (dùng để điều chế “nhũ tương trương nở hoặc hòa tan trong kiềm”), và polyme trương nở hoặc hòa tan trong kiềm được cải biến đặc tính kỵ nước (dùng để điều chế “nhũ tương trương nở hoặc hòa tan trong kiềm được cải biến đặc tính kỵ nước”). Do đó, các tài liệu US2006/0271563, WO2014/090709 và CN104292378 đề cập đến chế phẩm dạng nước chứa chất cải biến đặc tính lưu biến là các polyme này. Tài liệu US 4309330 đề cập đến nhũ tương copolyme thu được từ dẫn xuất dixyclopentadien, monome không no, monome-hydroxyl không no và monome chứa nhóm chức isoxyanat, hữu ích để sản xuất lớp phủ được tạo liên kết ngang. Tài liệu US 2012/0231056 đề cập đến phương pháp làm đặc chế phẩm bằng cách cải biến độ pH của nó. Chế phẩm này thu được từ copolyme được điều chế trong nhũ tương trực tiếp và với sự vắng mặt của monome liên kết ngang.

Cần có hoạt chất mới có các đặc tính nêu trên, đặc biệt là các đặc tính này được cải thiện trong khoảng pH rộng.

## Bản chất kỹ thuật của sáng chế

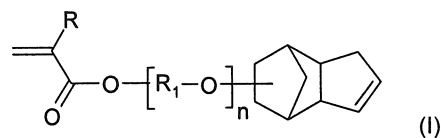
Mục đích của sáng chế là đề cập đến chất cải biến đặc tính lưu biến, không chỉ có đặc tính làm đặc cao (độ nhớt), mà còn có thể thu được chế phẩm có đặc tính gây thấm ổn định và độ trong suốt cao (pha liên tục trong suốt), và ổn định trong khoảng pH rộng.

Các tác giả sáng chế đã phát hiện thấy rằng có thể sản xuất được chế phẩm đáp ứng toàn bộ các tiêu chuẩn này (độ nhớt, đặc tính gây thấm ổn định và độ trong suốt) bằng cách sử dụng polyme đặc hiệu làm chất cải biến đặc tính lưu biến. Cụ thể hơn, theo khía cạnh thứ nhất, sáng chế đề cập đến polyme thu được bằng phản ứng polyme hóa gốc hỗn hợp monome chứa:

ít nhất một monome dạng anion (a) có nhóm vinyl có thể polyme hóa,

ít nhất một monome kỵ nước dạng không ion (b) có nhóm vinyl có thể polyme hóa, và

một hoặc nhiều monome liên kết ngang (c) chứa ít nhất một hợp chất có công thức (I):



trong đó:

$\text{R}$  là nguyên tử hydro hoặc nhóm metyl,

$n$  bằng 0 hoặc là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 30, ví dụ nằm trong khoảng từ 1 đến 20, hoặc nằm trong khoảng từ 1 đến 15, hoặc nằm trong khoảng từ 1 đến 10, và

$\text{R}_1$  là nhóm alkyl  $\text{C}_1$ - $\text{C}_{20}$  mạch thẳng hoặc mạch nhánh.

Tốt hơn nữa, như được mô tả trong các ví dụ sau, polyme theo sáng chế có đặc tính gây thấm ổn định, làm đặc và độ trong suốt cao để tạo ra chế phẩm dạng nước, và ổn định trong khoảng pH rộng, tức là ổn định cao ở cả độ pH axit, trung tính và bazơ.

Thông thường, polyme theo sáng chế thu được bằng phản ứng polyme hóa gốc hỗn hợp monome chứa:

ít nhất một monome dạng anion (a) có nhóm vinyl có thể polyme hóa với hàm lượng cao hơn 20% khối lượng, tính theo tổng khối lượng của các monome tạo ra polyme này;

ít nhất một monome kỵ nước dạng không ion (b) có nhóm vinyl có thể polyme hóa với hàm lượng nằm trong khoảng từ 45% đến 75% khối lượng, tính theo tổng khối lượng của các monome tạo ra polyme này; và

một hoặc nhiều monome liên kết ngang (c) chứa ít nhất một hợp chất có công thức (I) với hàm lượng nhỏ hơn 5% khối lượng, tính theo tổng khối lượng của các monome tạo ra polyme này, như được thể hiện dưới đây.

### **Mô tả chi tiết sáng chế**

Thuật ngữ “đặc tính gây thấm ổn định” hoặc “khả năng gây thấm ổn định” được dùng trong bản mô tả để chỉ khả năng của chế phẩm để duy trì trong hỗn dịch các hạt trong pha liên tục của nó, cụ thể ổn định theo thời gian, ví dụ trong bảo quản chế phẩm này.

Thuật ngữ “hạt” được dùng trong bản mô tả để chỉ các hạt rắn, được độn hoặc rỗng, và các hạt lỏng không trộn lẫn được với pha liên tục của chế phẩm hoặc hạt khí hoặc được bao có thể có hình dạng, cấu trúc, kết cấu, thành phần, màu sắc và đặc tính cuối cùng khác nhau. Ví dụ về các hạt này có thể bao gồm hạt tẩy tế bào chết (ví dụ hạt polyetylen, vỏ quả được nghiền hoặc đá bột), hạt nuôi dưỡng (ví dụ hạt cầu collagen), hạt ánh xạ cừ (ví dụ mica titan, glycol distearat), và hạt thẩm mỹ (ví dụ bột khí, hạt vảy hoặc hạt màu, tùy ý được nhuộm màu). Liên quan đến chế phẩm hỗn dịch chứa bột khí, các hạt này có thể có kích cỡ bằng 1, 2 hoặc 3mm.

Đặc tính gây thấm ổn định có thể được đánh giá bằng “thử nghiệm tác động lên hỗn dịch” bằng cách xác định độ đàn hồi  $G'$ , trị số Tan ( $\delta$ ) và độ kháng đàn hồi, như được mô tả trong các ví dụ dưới đây.

Thuật ngữ “độ trong suốt” hoặc “độ trong” của chế phẩm này có thể được đánh giá bằng cách đo độ truyền qua của chế phẩm này. Phương pháp xác định độ truyền qua được mô tả trong các ví dụ dưới đây. Độ trong suốt được biểu diễn dưới dạng tỷ lệ phần trăm. Chế phẩm được xem là trong hoặc trong suốt khi chế phẩm này có độ truyền qua ở bước

sóng bằng 500nm, ít nhất bằng 60%, tốt hơn nếu ít nhất bằng 70% và còn tốt hơn nữa nếu ít nhất bằng 80%.

Các đặc tính, ưu điểm khác và cách thức sử dụng polyme theo sáng chế sẽ được mô tả chi tiết hơn trong phần mô tả và phần ví dụ thực hiện sáng chế dưới đây, nhưng không chỉ giới hạn ở các phần này.

Thuật ngữ “nằm giữa ... và ...”, “nằm trong khoảng từ ... đến ...” và “thay đổi từ ... đến ...” có nghĩa tương đương và không bao gồm các khoảng giới hạn cụ thể, trừ khi có quy định khác.

Trừ khi có quy định khác, thuật ngữ “chứa một” đồng nghĩa với thuật ngữ “chứa ít nhất một”.

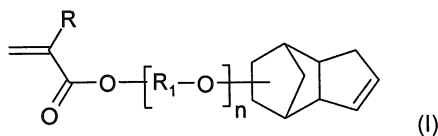
#### Polyme theo sáng chế

Như nêu trên, polyme theo sáng chế thu được bằng phản ứng polyme hóa gốc hỗn hợp monome chứa:

ít nhất một monome dạng anion (a) có nhóm vinyl có thể polyme hóa,

ít nhất một monome kỵ nước dạng không ion (b) có nhóm vinyl có thể polyme hóa, và

một hoặc nhiều monome liên kết ngang (c) chứa ít nhất một hợp chất có công thức (I):



trong đó:

R là nguyên tử hydro hoặc nhóm metyl,

n bằng 0 hoặc là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 30, ví dụ nằm trong khoảng từ 1 đến 20, hoặc nằm trong khoảng từ 1 đến 15, hoặc nằm trong khoảng từ 1 đến 10, và

R<sub>1</sub> là nhóm alkyl C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub> mạch thẳng hoặc mạch nhánh.

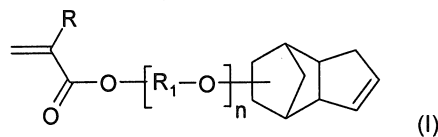
Tốt hơn nếu, polyme theo sáng chế không chứa monome được hydroxyl hóa bất kỳ có nhóm vinyl có thể polyme hóa hoặc không chứa monome bất kỳ có nhóm isoxyanat.

Tốt hơn nữa nếu, polyme theo sáng chế thu được bằng phản ứng polyme hóa gốc hỗn hợp monome cấu thành từ:

ít nhất một monome dạng anion (a) có nhóm vinyl có thể polyme hóa,

ít nhất một monome kỵ nước dạng không ion (b) có nhóm vinyl có thể polyme hóa, và

một hoặc nhiều monome liên kết ngang (c) chứa ít nhất một hợp chất có công thức (I):



trong đó:

R là nguyên tử hydro hoặc nhóm methyl,

n bằng 0 hoặc là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 30, ví dụ nằm trong khoảng từ 1 đến 20, hoặc nằm trong khoảng từ 1 đến 15, hoặc nằm trong khoảng từ 1 đến 10, và

R<sub>1</sub> là nhóm alkyl C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub> mạch thẳng hoặc mạch nhánh.

Tốt hơn nữa nếu, n là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 30, ví dụ nằm trong khoảng từ 1 đến 20, hoặc nằm trong khoảng từ 1 đến 15, hoặc nằm trong khoảng từ 1 đến 10.

Trong phần mô tả dưới đây, tỷ lệ phần trăm của các monome tạo ra polyme theo sáng chế được biểu diễn dưới dạng tỷ lệ phần trăm khối lượng tính theo tổng khối lượng của các monome được sử dụng.

Theo phương án cụ thể, polyme theo sáng chế không chứa đơn vị monome bất kỳ không phải là monome (a), (b), và (c) (ngoại trừ mảnh của các chất chuyển chuỗi hoặc chất hoạt hóa polyme hóa có mặt tùy ý).

Nói cách khác, theo một phương án khác, tổng hàm lượng của các monome (a), (b), và (c) trong polyme theo sáng chế bằng 100%.

Theo một phương án khác, polyme theo sáng chế cũng có thể chứa một hoặc nhiều đơn vị monome bổ sung khác với monome (a), (b), và (c).

Cụ thể, polyme theo sáng chế cũng có thể chứa một hoặc nhiều monome (d) có nhóm vinyl có thể polyme hóa và chuỗi hydrocacbon kỵ nước và/hoặc một hoặc nhiều monome dạng không ion bổ sung (e) được mô tả chi tiết hơn dưới đây.

Monome (a), (b), (c), (d), và (e) trong polyme theo sáng chế là khác nhau. Cụ thể, monome (b) khác với monome (d) và/hoặc monome (e).

Theo phương án cụ thể, polyme theo sáng chế là polyme đa pha.

Thuật ngữ “polyme đa pha” được dùng trong bản mô tả để chỉ hạt polyme đa pha, nói cách khác hạt polyme có thành phần không đồng nhất, được sản xuất bằng phương pháp polyme hóa liên tiếp trong ít nhất hai bước từ ít nhất hai chế phẩm (hoặc hỗn hợp) chứa các monome khác nhau.

Như sẽ được mô tả dưới đây, trong bước thứ nhất, polyme thứ nhất (sau đây gọi tắt là polyme P1) thu được bằng phản ứng polyme hóa gốc hỗn hợp thứ nhất chứa các monome (a), (b), và (c), và tùy ý (d) và/hoặc (e), sau đó ở thời điểm kết thúc bước thứ hai, polyme thứ hai (sau đây gọi tắt là polyme P2) thu được bằng phản ứng polyme hóa gốc hỗn hợp thứ hai chứa các monome (a'), (b'), và (c'), và tùy ý (d') và/hoặc (e'), với điều kiện monome (a') là monome dạng không ion có nhóm vinyl có thể polyme hóa, monome (b') là monome kỵ nước dạng không ion có nhóm vinyl có thể polyme hóa, monome (c') là một hoặc nhiều monome liên kết ngang tùy ý bao gồm hợp chất có công thức (I), monome (d') là monome có nhóm vinyl có thể polyme hóa và ít nhất một chuỗi hydrocacbon kỵ nước  $C_{10}$  (khác với monome (b')), và monome (e') tùy ý là monome dạng không ion bổ sung (khác với monome (b')).

Theo phương án cụ thể này, hạt polyme đa pha theo sáng chế có thể có cấu trúc lõi/vỏ, trong đó polyme thứ nhất tạo thành “lõi” và polyme thứ hai tạo thành “vỏ”. Tuy nhiên, cấu trúc “lõi/vỏ” này không chỉ bao gồm hạt polyme có phần “lõi” được bao phủ hoặc bao nang hoàn toàn bằng phần “vỏ”, mà cũng bao gồm hạt polyme có hình thái được kiểm soát và hai pha riêng biệt.

Do đó, thuật ngữ “polyme theo sáng chế” bao gồm cả polyme thu được bằng phản ứng polyme hóa gốc một hỗn hợp monome như được thể hiện dưới đây, và polyme đa pha, tức là polyme được tạo thành từ một số thành phần polyme bao gồm ít nhất một thành phần polyme P1 và một thành phần polyme P2 như được mô tả chi tiết dưới đây.

Thuật ngữ “thành phần polyme P1” và thuật ngữ “polyme P1” được sử dụng thay thế cho nhau.

Thuật ngữ “thành phần polyme P2” và thuật ngữ “polyme P2” được sử dụng thay thế cho nhau.

Thuật ngữ “polyme P1” có thể được hiểu là polyme đơn P1 như được định nghĩa nêu trên hoặc một số polyme P1 thu được bằng phản ứng polyme hóa liên tiếp.

Tương tự, thuật ngữ “polyme P2” có thể được hiểu là polyme đơn P2 như được định nghĩa nêu trên hoặc một số polyme P2 thu được bằng phản ứng polyme hóa liên tiếp.

Theo phương án cụ thể, polyme P1 không chứa đơn vị monome bất kỳ không phải là monome (a), (b), và (c) (ngoại trừ mảnh của các chất chuyển chuỗi hoặc chất hoạt hóa polyme hóa có mặt tùy ý).

Theo phương án cụ thể, polyme P2 không chứa đơn vị monome bất kỳ không phải là monome (a'), (b'), và (c') (ngoại trừ mảnh của các chất chuyển chuỗi hoặc chất hoạt hóa polyme hóa có mặt tùy ý).

Nói cách khác, theo một phương án, tổng hàm lượng của các monome (a), (b), và (c) trong polyme P1 (tương ứng là monome (a'), (b'), và (c') trong polyme P2) bằng 100%.

Theo một phương án khác, polyme P1 và/hoặc polyme P2 cũng có thể chứa một hoặc nhiều đơn vị monome bổ sung khác với monome (a), (b), và (c) (tương ứng là monome (a'), (b'), và (c')).

Cụ thể, polyme P1 (tương ứng là polyme P2) cũng có thể chứa một hoặc nhiều monome (d) (tương ứng là monome (d')) có nhóm vinyl có thể polyme hóa và chuỗi hydrocacbon kỵ nước và/hoặc một hoặc nhiều monome dạng không ion bổ sung tùy ý (e) (tương ứng là monome (e')) được mô tả chi tiết hơn dưới đây).

Hơn nữa, cần hiểu rằng monome (a), và (a') (tương ứng là monome (b), và (b'), monome (c), và (c'), monome (d), và (d'), monome (e), và (e')) trong polyme P1 và polyme P2 có thể giống nhau hoặc khác nhau.

Monome (a), (b), (c), (d), và (e) trong polyme P1 là khác nhau. Cụ thể, monome (b) khác với monome (d) và/hoặc monome (e). Điều này tương tự như trong trường hợp của monome (a'), (b'), (c'), (d'), và (e') trong polyme P2.

Theo phương án cụ thể, tỷ lệ khối lượng polyme P1/polyme P2 trong polyme đa pha theo sáng chế nằm trong khoảng từ 45/55 đến 95/5, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 60/40 đến 90/10.

Monome dạng anion có nhóm vinyl có thể polyme hóa (monome (a))

Theo phương án cụ thể, monome dạng anion (a) (và (a')) có nhóm vinyl có thể polyme hóa, được mô tả dưới đây là “monome dạng anion”, chứa ít nhất một nhóm carboxylic.

Cụ thể, monome dạng anion này có thể được chọn từ nhóm bao gồm axit acrylic, axit metacrylic, axit maleic, axit itaconic, axit crotonic và hỗn hợp của chúng, và/hoặc muối của chúng.

Theo phương án cụ thể, monome dạng anion này có thể được chọn từ nhóm bao gồm axit acrylic và/hoặc axit metacrylic và/hoặc muối của chúng.

Theo một phương án khác, monome dạng anion này có thể được chọn từ nhóm bao gồm axit acrylic và/hoặc axit metacrylic.

Tốt hơn nếu, monome dạng anion của polyme theo sáng chế là axit metacrylic.

Hàm lượng của monome dạng anion này có thể cao hơn 20% khối lượng, ví dụ ít nhất bằng 23% khối lượng, hoặc ví dụ ít nhất bằng 25% khối lượng, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 25% đến 50% khối lượng, và tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 27% đến 41% khối lượng, tính theo tổng khối lượng của các monome tạo ra polyme này.

Theo phương án cụ thể, khi polyme theo sáng chế là polyme đa pha thì:

hàm lượng của monome dạng anion (a) có thể cao hơn 20% khối lượng, ví dụ ít nhất bằng 23% khối lượng, hoặc ví dụ ít nhất bằng 25% khối lượng, tốt hơn nếu nằm

trong khoảng từ 25% đến 50% khối lượng, và tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 27% đến 41% khối lượng, tính theo tổng khối lượng của các monome tạo ra polyme P1, và

hàm lượng của monome dạng anion (a') có thể cao hơn 20% khối lượng, ví dụ ít nhất bằng 23% khối lượng, hoặc ví dụ ít nhất bằng 25% khối lượng, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 25% đến 50% khối lượng, và tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 26% đến 35% khối lượng, tính theo tổng khối lượng của các monome tạo ra polyme P2.

Theo một phương án khác, tỷ lệ phần trăm khối lượng của monome (a') trong polyme P2 (khối lượng của monome (a') tính theo tổng khối lượng của các monome tạo ra polyme P2) nhỏ hơn tỷ lệ phần trăm khối lượng của monome (a) trong polyme P1 (khối lượng của monome (a) tính theo tổng khối lượng của các monome tạo ra polyme P1).

Monome kỵ nước dạng không ion có nhóm vinyl có thể polyme hóa (monome (b))

Monome kỵ nước dạng không ion (b) (và (b')) có nhóm vinyl có thể polyme hóa, được mô tả dưới đây là monome không có điện tích dương hoặc điện tích âm bất kỳ trong dung dịch nước. Monome kỵ nước dạng không ion này có thể được chọn từ nhóm bao gồm este, amit hoặc nitril của axit acrylic hoặc axit metacrylic hoặc từ nhóm bao gồm acrylonitril, styren, metylstyren, diisobutylene, vinylpyrrolidon hoặc vinylcaprolactam.

Tốt nhất nếu, monome kỵ nước dạng không ion này có thể được chọn từ nhóm bao gồm C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub> alkyl acrylat hoặc C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub> alkyl metacrylat, như metyl acrylat, etyl acrylat (sau đây gọi tắt là EA), butyl acrylat, 2-ethylhexyl acrylat, metyl metacrylat, etyl metacrylat, butyl metacrylat và hỗn hợp của chúng.

Theo phương án cụ thể, monome kỵ nước dạng không ion này có thể được chọn từ nhóm bao gồm metyl acrylat, etyl acrylat, butyl acrylat, etyl metacrylat và hỗn hợp của chúng.

Cụ thể, monome kỵ nước dạng không ion của polyme theo sáng chế có thể là etyl acrylat.

Hàm lượng của monome kỵ nước dạng không ion này có thể nằm trong khoảng từ 45% đến 75% khối lượng, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 48% đến 68% khối lượng và tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 50% đến 64% khối lượng, tính theo tổng khối lượng của các monome tạo ra polyme theo sáng chế.

Hàm lượng của monome dạng anion và monome kỵ nước dạng không ion có thể cao hơn 83% khối lượng, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 83% đến 99,8% hoặc nằm trong khoảng từ 85% đến 99,6% khối lượng của tổng thành phần của polyme theo sáng chế.

Thuật ngữ “tổng thành phần” được dùng trong bản mô tả để chỉ tổng khối lượng của các monome được sử dụng để tổng hợp polyme theo sáng chế.

Theo phương án cụ thể, trong polyme theo sáng chế:

monome dạng anion được chọn từ nhóm bao gồm axit acrylic và/hoặc axit metacrylic và/hoặc muối của chúng; ví dụ, monome dạng anion được chọn từ nhóm bao gồm axit acrylic và/hoặc axit metacrylic; tốt hơn nếu monome này là axit metacrylic, và

monome kỵ nước dạng không ion được chọn từ nhóm bao gồm methyl acrylat, etyl acrylat, butyl acrylat, etyl metacrylat và hỗn hợp của chúng, tốt hơn nếu monome này là etyl acrylat.

Theo phương án cụ thể, khi polyme theo sáng chế là polyme đa pha, thì hàm lượng của monome kỵ nước dạng không ion (b) có thể nằm trong khoảng từ 45% đến 75% khối lượng, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 48% đến 65% khối lượng và tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 50% đến 60% khối lượng, tính theo tổng khối lượng của các monome tạo ra polyme P1 và hàm lượng của monome kỵ nước dạng không ion (b') có thể nằm trong khoảng từ 45% đến 75% khối lượng, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 50% đến 68% khối lượng và tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 55% đến 64% khối lượng, tính theo tổng khối lượng của các monome tạo ra polyme P2.

Theo phương án đặc biệt ưu tiên, tỷ lệ phần trăm khối lượng của monome (b') trong polyme P2 (khối lượng của monome (b') tính theo tổng khối lượng của các monome tạo ra polyme P2) là lớn hơn tỷ lệ phần trăm khối lượng của monome (b) trong polyme P1 (khối lượng của monome (b) tính theo tổng khối lượng của các monome tạo ra polyme P1).

Theo một phương án, tỷ lệ khối lượng monome kỵ nước dạng không ion (b')/monome dạng anion (a') trong polyme P2 nằm trong khoảng từ 60/40 đến 85/15, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 65/35 đến 80/20.

Theo phương án cụ thể, tỷ lệ khối lượng monome kỵ nước dạng không ion (b)/monome dạng anion (a) trong polyme P1 nằm trong khoảng từ 53/47 đến 70/30, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 55/45 đến 68/32.

Monome liên kết ngang chứa ít nhất một hợp chất có công thức (I) (monome (c))

Hỗn hợp monome theo sáng chế cũng chứa một hoặc nhiều monome liên kết ngang (c) chứa ít nhất một hợp chất có công thức (I) như được thể hiện dưới đây.

Theo phương án cụ thể, khi polyme theo sáng chế là polyme đa pha, thì các hỗn hợp monome được sử dụng để tổng hợp polyme P1 và polyme P2 cùng đều chứa một hoặc nhiều monome liên kết ngang (c), và (c'), tương ứng là chỉ một trong số các monome (c), và (c') chứa ít nhất một hợp chất có công thức (I) như được thể hiện dưới đây. Do đó, theo phương án này, hỗn hợp monome được sử dụng để tổng hợp polyme P1 hoặc hỗn hợp monome được sử dụng để tổng hợp polyme P2 chứa hợp chất có công thức (I) như được thể hiện dưới đây.

Theo một phương án cụ thể khác, khi polyme theo sáng chế là polyme đa pha, thì các hỗn hợp monome được sử dụng để tổng hợp polyme P1 và polyme P2 cùng đều chứa một hoặc nhiều monome liên kết ngang (c), và (c'), tương ứng là mỗi monome (c), và (c') chứa ít nhất một hợp chất có công thức (I) như được thể hiện dưới đây.

Monome liên kết ngang (c), và (c') được mô tả dưới đây là “monome liên kết ngang”.

Theo phương án cụ thể, polyme theo sáng chế chỉ chứa monome liên kết ngang là một hợp chất có công thức (I).

Theo một phương án khác, polyme theo sáng chế chứa hai monome liên kết ngang khác nhau chứa ít nhất một hợp chất có công thức (I).

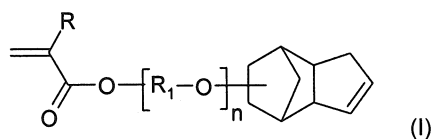
Theo một phương án khác, polyme theo sáng chế chứa ba monome liên kết ngang khác nhau chứa ít nhất một hợp chất có công thức (I).

Các monome liên kết ngang được sử dụng để tổng hợp polyme có cấu trúc không gian ba chiều.

Hợp chất có công thức (I), và monome liên kết ngang bổ sung tùy ý được mô tả dưới đây.

(a) Hợp chất có công thức (I)

Như nêu trên, các hỗn hợp monome theo sáng chế cần chứa monome liên kết ngang là ít nhất một hợp chất có công thức (I):



trong đó:

- R là nguyên tử hydro hoặc nhóm metyl,
- n bằng 0 hoặc là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 30, ví dụ nằm trong khoảng từ 1 đến 20, hoặc nằm trong khoảng từ 1 đến 15, hoặc nằm trong khoảng từ 1 đến 10, và
- R<sub>1</sub> là nhóm alkyl C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub> mạch thẳng hoặc mạch nhánh.

Cần hiểu rằng chuỗi este-ete có thể được liên kết với vòng trixyclo[5.2.1.0<sup>2,6</sup>]dexenyl thông qua nguyên tử cacbon của mạch ba vòng nằm trên hoặc thông qua nguyên tử cacbon của mạch ba vòng nằm dưới liên kết bắt đầu từ nguyên tử oxy của nhóm  $[-R_1-O]_n-$ .

Theo một phương án, trong hợp chất có công thức (I), R là nguyên tử hydro hoặc nhóm metyl, R<sub>1</sub> là  $-(CH_2)_2-$ , và n bằng 1.

Theo một phương án khác, trong hợp chất có công thức (I), R là nguyên tử hydro và n bằng 0.

Theo một phương án khác, hợp chất có công thức (I) được chọn từ nhóm bao gồm:

etylen glycol dixyclopentenyl ete metacrylat (cũng được gọi là etylen glycol trixyclo[5.2.1.0<sup>2,6</sup>]dexen metacrylat, EGDCPEMA, ví dụ Fancryl FA-512M<sup>TM</sup> hoặc Fancryl FA-512MT<sup>TM</sup> do Hitachi Chemical cung cấp),

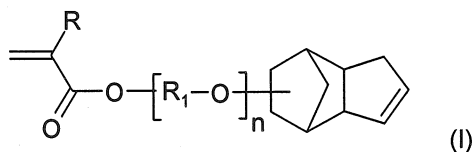
etylen glycol dixyclopentenyl ete acrylat (cũng được gọi là etylen glycol trixyclo[5.2.1.0<sup>2,6</sup>]dexen acrylat, EGDCPEA, ví dụ Fancryl FA-512AS<sup>TM</sup> do Hitachi Chemical cung cấp),

dixyclopentenyl ete acrylat (cũng được gọi là trixyclo[5.2.1.0<sup>2,6</sup>]dexen acrylat, ví dụ Fancryl FA-511AAS<sup>TM</sup> do Hitachi Chemical cung cấp), và

hỗn hợp của chúng, ví dụ hỗn hợp EGDCPEA và EGDCPEMA.

Theo một phương án khác, hợp chất có công thức (I) là EGDCPEA.

Sáng chế cũng mô tả việc sử dụng monome có công thức (I):



trong đó:

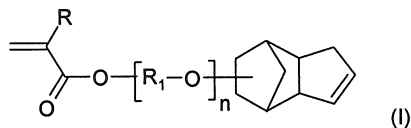
R là nguyên tử hydro hoặc nhóm methyl,

n bằng 0 hoặc là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 30, ví dụ nằm trong khoảng từ 1 đến 20, hoặc nằm trong khoảng từ 1 đến 15, hoặc nằm trong khoảng từ 1 đến 10, và

R<sub>1</sub> là nhóm alkyl C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub> mạch thẳng hoặc mạch nhánh,

ở hàm lượng nhỏ hơn 5% khối lượng tính theo tổng khối lượng của các monome tạo ra polyme, để sản xuất polyme, cụ thể để sản xuất polyme có thành phần được định nghĩa nêu trên.

Sáng chế cũng mô tả việc sử dụng monome có công thức (I):



trong đó:

R là nguyên tử hydro hoặc nhóm methyl,

n bằng 0 hoặc là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 30, ví dụ nằm trong khoảng từ 1 đến 20, hoặc nằm trong khoảng từ 1 đến 15, hoặc nằm trong khoảng từ 1 đến 10, và

R<sub>1</sub> là nhóm alkyl C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub> mạch thẳng hoặc mạch nhánh,

ở hàm lượng nhỏ hơn 5% khối lượng tính theo tổng khối lượng của các monome tạo ra polyme, để tạo liên kết ngang polyme/hỗn hợp monome, cụ thể để tạo liên kết ngang hỗn hợp monome như nêu trên.

(b) Monome liên kết ngang bổ sung

Như nêu trên, ngoài monome liên kết ngang là hợp chất có công thức (I), các hỗn hợp monome theo sáng chế có thể cũng chứa một hoặc nhiều monome liên kết ngang bổ sung khác (c) khác với hợp chất có công thức (I) như được định nghĩa nêu trên.

Theo phương án cụ thể, polyme theo sáng chế chỉ chứa một monome liên kết ngang bổ sung khác với hợp chất có công thức (I).

Theo một phương án khác, polyme theo sáng chế chứa hai monome liên kết ngang khác nhau, khác với hợp chất có công thức (I).

Theo sáng chế, monome không no đa chức có thể được sử dụng làm monome liên kết ngang bổ sung khác với hợp chất có công thức (I). Hợp chất này có thể chứa hai, ba hoặc nhiều đơn vị không no etylen.

Monome liên kết ngang bổ sung này có thể ưa nước, kỵ nước hoặc lưỡng tính.

Ví dụ về các hợp chất này bao gồm hợp chất di(met)acrylat, như polyalkylen glycol di(met)acrylat, đặc biệt là polypropylen glycol di(met)acrylat, etylen glycol di(met)acrylat, polyetylen glycol di(met)acrylat, trietylen glycol di(met)acrylat, 1,3-butylen glycol di(met)acrylat, 1,6-butylen glycol di(met)acrylat, 1,6-hexandiol di(met)acrylat, neopentyl glycol di(met)acrylat, 1,9-nonandiol di(met)acrylat, và 2,2'-bis(4-(acryloxypropyloxyphenyl)propan, 2,2'-bis(4-(acryloxydiethoxyphenyl)propan và kẽm acrylat; hợp chất tri(met)acrylat, như trimetylolpropan tri(met)acrylat và trimetylolpropan tri(met)acrylat được etoxy hóa, trimetyloletan tri(met)acrylat, pentaerythritol tri(met)acrylat và trimetylolmetan tri(met)acrylat; hợp chất tetra(met)acrylat, như ditrimetylolpropan tetra(met)acrylat, tetrametylolmetan tetra(met)acrylat và pentaerythritol tetra(met)acrylat; hợp chất hexa(met)acrylat, như dipentaerythritol hexa(met)acrylat; hợp chất penta(met)acrylat, như dipentaerythritol penta(met)acrylat; hợp chất allylic, như allyl (met)acrylat, diallyl phtalat, diallyl itaconat, diallyl fumarat, diallyl maleat và triallyl xyanurat; polyallyl ete của sucroza chứa từ 2 đến 8 nhóm/phân tử, polyallyl ete của pentaerythritol, như pentaerythritol diallyl ete, pentaerythritol triallyl ete và pentaerythritol tetraallyl ete; trimetylolpropan polyallyl ete, như trimetylolpropan diallyl ete và trimetylolpropan triallyl ete. Các hợp chất không no đa chức khác bao gồm divinyl glycol, divinylbenzen, divinylxyclohexyl và metylenbisacrylamit.

Theo một khía cạnh khác, monome liên kết ngang bổ sung này có thể được tổng hợp bằng phản ứng este hóa rượu đa chức với anhydrit không no, như maleic anhydrit hoặc itaconic anhydrit hoặc bằng phản ứng cộng hợp với isoxyanat, như 3-isopropenyldimetylbenzen isoxyanat.

Monome liên kết ngang bổ sung này cũng có thể là các hợp chất sau: polyhaloalkanol, như 1,3-dicloisopropanol và 1,3-dibromoisopropanol; haloepoxyalkan, như epiclohydrin, epibromohydrin, 2-metylepiclohydrin và epiiodohydrin; polyglyxidyl ete, như 1,4-butandiol diglyxidyl ete, glyxerol 1,3-diglyxidyl ete, etylen glycol diglyxidyl ete, propylen glycol diglyxidyl ete, dietylen glycol diglyxidyl ete, neopentyl glycol diglyxidyl ete, polypropylen glycol diglyxidyl ete, nhựa bisphenol A-epiclohydrin epoxy và hỗn hợp của chúng.

Theo phương án cụ thể, monome liên kết ngang bổ sung được sử dụng trong polyme theo sáng chế được chọn từ chất tạo liên kết ngang ba chức.

Monome liên kết ngang bổ sung có thể là trimetylolpropan tri(met)acrylat (TMPTA) hoặc trimetylolpropan tri(met)acrylat được etoxy hóa (ví dụ TMPTA 3OE).

Theo một phương án, hỗn hợp monome thích hợp để sử dụng trong sáng chế cũng chứa monome liên kết ngang (c) là ít nhất một monome khác với hợp chất có công thức (I), được chọn từ nhóm bao gồm trimetylolpropan tri(met)acrylat, trimetylolpropan tri(met)acrylat được etoxy hóa, etylen glycol di(met)acrylat, metylenbisacrylamit, triallyl xyanurat, diallyl phtalat, diallyl maleat và hỗn hợp của chúng.

Theo một phương án khác, hỗn hợp monome theo sáng chế chứa monome liên kết ngang là hai monome khác nhau, tức là EGDCPEA và TMPTA.

Theo một phương án khác, hỗn hợp monome theo sáng chế chứa monome liên kết ngang là hai monome khác nhau, tức là EGDCPEA và TMPTA 3OE.

Hàm lượng của monome liên kết ngang này có thể nhỏ hơn 5% khối lượng, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 0,2% đến 4,5%, tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 0,25% đến 1,15% khối lượng, và thậm chí tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 0,40% đến 1,05% khối lượng, tính theo tổng khối lượng của các monome tạo ra polyme theo sáng chế.

Monome có nhóm vinyl có thể polyme hóa và chuỗi hydrocacbon kỵ nước (monome (d))

Hỗn hợp monome theo sáng chế cũng có thể chứa ít nhất một monome (d) (hoặc (d')) có nhóm vinyl có thể polyme hóa và ít nhất một chuỗi hydrocacbon kỵ nước  $C_{10}$ , tốt hơn nếu chuỗi hydrocacbon kỵ nước  $C_{12}$ - $C_{36}$ , tốt hơn nếu được oxyalkyl hóa, khác với monome (b) (hoặc (b')) khi monome này là monome (d')).

Các monome này có thể được chọn từ nhóm bao gồm monome có công thức (II):



trong đó:

T là nhóm có thể polyme hóa cho phép copolyme hóa monome (d) (hoặc (d')),

A là chuỗi polyme cấu thành từ:

m đơn vị alkylen oxit có công thức  $-CH_2CHR_1O-$  với  $R_1$  là nhóm alkyl chứa từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon, ví dụ nhóm etyl hoặc metyl, và m nằm trong khoảng từ 0 đến 150,

p đơn vị alkylen oxit có công thức  $-CH_2CHR_2O-$  với  $R_2$  là nhóm alkyl chứa từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon, ví dụ nhóm etyl hoặc metyl, và p nằm trong khoảng từ 0 đến 150,

n đơn vị etylen oxit với n nằm trong khoảng từ 0 đến 150, hoặc nằm trong khoảng từ 10 hoặc 15 đến 150, hoặc nằm trong khoảng từ 10 hoặc 15 đến 100, hoặc nằm trong khoảng từ 15 đến 50, hoặc nằm trong khoảng từ 15 đến 30,

trong đó các đơn vị alkylen oxit có công thức  $-CH_2CHR_1O-$ , đơn vị alkylen oxit có công thức  $-CH_2CHR_2O-$  và đơn vị etylen oxit được phân bố theo khối, xen kẽ hoặc ngẫu nhiên, và

Z là chuỗi béo mạch thẳng, mạch nhánh, mạch vòng hoặc đa vòng, no hoặc không no chứa ít nhất 10 nguyên tử cacbon, ví dụ chuỗi  $C_{12}$ - $C_{36}$ , tùy ý chứa một hoặc nhiều dị nguyên tử, ví dụ O, S, N hoặc P.

Theo phương án ưu tiên, tổng của m, p và n không bằng 0.

Thuật ngữ “đơn vị PO được propoxyl hóa” và “đơn vị BO được butoxyl hóa” được dùng trong bản mô tả để chỉ đơn vị được etoxyl hóa tương ứng chứa gốc metyl hoặc etyl

trên một hoặc nhiều nguyên tử cacbon của chúng. Đơn vị được etoxyl hóa là đơn vị  $\text{CH}_2\text{-O}$ .

Thuật ngữ “chuỗi béo” được dùng trong bản mô tả để chỉ chuỗi hydrocacbon béo của axit béo mạch thẳng, mạch nhánh, mạch vòng hoặc đa vòng, chứa ít nhất 10 nguyên tử cacbon, ví dụ từ 12 đến 36 nguyên tử cacbon, tùy ý chứa một hoặc nhiều dị nguyên tử, ví dụ O, S, N hoặc P.

Theo một phương án, chuỗi Z là chuỗi mạch nhánh chứa 16 nguyên tử cacbon.

Tốt hơn nếu nhóm T là gốc chứa nhóm không no có thể polyme hóa, được chọn từ nhóm bao gồm este của acrylic, metacrylic, maleic, itaconic hoặc crotonic. Nhóm T có thể được chọn từ nhóm bao gồm uretan của acrylat, metacrylat, allylic, vinyl, metacryluretan và  $\alpha,\alpha$ -dimetyl-m-isopropenyl benzyl.

Theo một phương án, monome (d) hoặc (d') là hợp chất có công thức (III):



trong đó:

$\text{R}_1$  là H hoặc  $\text{CH}_3$ , và

A và Z được định nghĩa tương tự như trong công thức (II).

Theo phương án cụ thể, A trong công thức (II), và (III) là chuỗi polyme cấu thành từ 15 đến 150, tốt hơn nếu từ 15 đến 50 và tốt hơn nữa nếu từ 15 đến 30 đơn vị etylen oxit.

Ví dụ, monome (d) (hoặc (d')) có thể là hợp chất có công thức (II) hoặc (III) với điều kiện là trong A và Z:

m và p bằng 0, n bằng 25,  $\text{R}_1$  là  $\text{CH}_3$ , Z là chuỗi mạch nhánh chứa 16 nguyên tử cacbon, tức là 2-hexyl-1-decanyl,

m và p bằng 0, n bằng 25,  $\text{R}_1$  là  $\text{CH}_3$ , Z là chuỗi mạch nhánh chứa 32 nguyên tử cacbon,

m và p bằng 0, n bằng 25,  $\text{R}_1$  là  $\text{CH}_3$ , Z là chuỗi mạch thẳng chứa 22 nguyên tử cacbon,

m và p bằng 0, n bằng 36,  $\text{R}_1$  là  $\text{CH}_3$ , Z là chuỗi mạch nhánh chứa 20 nguyên tử cacbon, tức là 2-octyl-1-dodexyl, hoặc

m và p bằng 0, n bằng 30, R<sub>1</sub> là CH<sub>3</sub>, Z là chuỗi oxo chứa 12 nguyên tử cacbon.

Theo một phương án cụ thể, khi polyme theo sáng chế là polyme đa pha, thì monome (d) chỉ có mặt trong polyme P1.

Theo một phương án cụ thể khác, khi polyme theo sáng chế là polyme đa pha, thì monome có nhóm vinyl có thể polyme hóa và chuỗi hydrocacbon kỵ nước (tức là monome (d') trong trường hợp này) chỉ có mặt trong polyme P2.

Theo cách khác, monome (d), và (d') có thể có mặt cả trong polyme P1 lẫn polyme P2 của polyme đa pha theo sáng chế.

Hàm lượng của monome (d), và tùy ý (d') có thể nằm trong khoảng từ 0% đến 20% khối lượng, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 1% đến 15% khối lượng, và tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 2% đến 12% khối lượng, tính theo tổng khối lượng của các monome tạo ra polyme theo sáng chế.

Cụ thể, monome (d) có thể được sử dụng ở hàm lượng ít nhất bằng 0,5% khối lượng, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 0,5% đến 12% khối lượng, tính theo tổng khối lượng của các monome tạo ra polyme P1.

Cụ thể, monome (d') có thể được sử dụng ở hàm lượng ít nhất bằng 0,5% khối lượng, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 0,5% đến 12% khối lượng, tính theo tổng khối lượng của các monome tạo ra polyme P2.

Monome dạng không ion bổ sung tùy ý (monome (e))

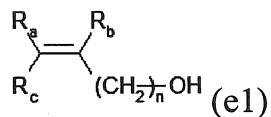
Hỗn hợp monome theo sáng chế cũng có thể chứa ít nhất một monome bổ sung (e) (hoặc (e')), tùy ý là monome dạng không ion, khác với monome (b) (hoặc (b')) khi monome này là monome (e')).

Các monome dạng không ion bổ sung tùy ý (e), và (e') có thể được chọn từ nhóm bao gồm:

axit 2-acrylamido-2-metylpropansulfonic (như chế phẩm có bán trên thị trường dưới dạng nhãn hiệu AMPS® bởi Lubrizol) và muối của nó,

telome không no của axit acrylic,

monome có công thức (e1):

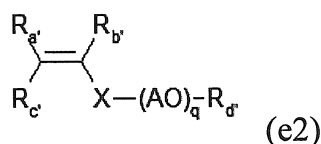


trong đó:

$R_a$ ,  $R_b$  và  $R_c$  độc lập với nhau, là H hoặc  $CH_3$ , và

$n$  bằng 1 hoặc 2, và

monome có công thức (e2):



trong đó:

$R_{a'}$ ,  $R_{b'}$ ,  $R_{c'}$  và  $R_{d'}$  độc lập với nhau, là H hoặc  $CH_3$ ,

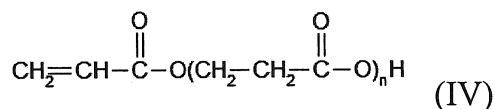
$X$  là  $(C=O)$  hoặc  $(CH_2)_r$  với  $r$  bằng 0, 1 hoặc 2,

$(AO)$  là chuỗi được polyalkoxyl hóa cấu thành từ các đơn vị được alkoxyl hóa, được phân bố theo khối, xen kẽ hoặc ngẫu nhiên, được chọn từ nhóm bao gồm đơn vị EO được etoxyl hóa, đơn vị PO được propoxyl hóa và đơn vị BO được butoxyl hóa, và

$q$  bằng 0 hoặc là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 150.

Cụ thể, monome bổ sung có công thức (e1) có thể được chọn từ nhóm bao gồm rượu allylic ( $n = 1$ ), rượu metallylic ( $n = 1$ ), và isoprenol ( $n = 2$ ). Ví dụ, monome tùy ý này là isoprenol.

Thuật ngữ “telome không no của axit acrylic” được dùng trong bản mô tả để chỉ oligome của axit acrylic hoặc axit acryloxypropionic, có công thức (IV):



trong đó  $n$  là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 10. Các oligome khác nhau này có thể ở dạng hỗn hợp. Khi  $n = 1$ , thì oligome này là dime của axit acrylic.

Cần hiểu rằng các phương án cụ thể khác nhau được mô tả đối với mỗi monome dạng anion, monome kỵ nước dạng không ion, monome liên kết ngang, monome có nhóm vinyl có thể polyme hóa và chuỗi hydrocacbon kỵ nước và monome dạng không ion bổ sung tùy ý của polyme theo sáng chế có thể được kết hợp.

Hàm lượng của monome dạng không ion bổ sung tùy ý (e), và tùy ý (e') có thể nhỏ hơn 50% khối lượng, cụ thể nhỏ hơn 40% khối lượng và tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 1% đến 30% khối lượng, tính theo tổng khối lượng của các monome tạo ra polyme theo sáng chế.

Theo phương án cụ thể, polyme theo sáng chế thu được từ hỗn hợp monome chứa ít nhất các monome sau:

một hoặc nhiều monome dạng anion được chọn từ nhóm bao gồm axit acrylic và/hoặc axit metacrylic và/hoặc muối của chúng, tốt hơn nếu là axit acrylic và/hoặc axit metacrylic, tốt hơn nữa nếu là axit metacrylic,

một hoặc nhiều monome kỵ nước dạng không ion được chọn từ nhóm bao gồm metyl acrylat, etyl acrylat, butyl acrylat, etyl metacrylat và hỗn hợp của chúng, tốt hơn nếu là etyl acrylat,

một hoặc nhiều monome liên kết ngang như được định nghĩa nêu trên chứa ít nhất một hợp chất có công thức (I) được chọn từ nhóm bao gồm etylen glycol dixyclopentenyl ete metacrylat, etylen glycol dixyclopentenyl ete acrylat, dixyclopentenyl ete acrylat và hỗn hợp của chúng, tốt hơn nếu là EGDCPEA, EGDCPEMA và hỗn hợp của chúng, tốt hơn nữa nếu là EGDCPEA,

tùy ý một hoặc nhiều monome có nhóm vinyl có thể polyme hóa và chuỗi hydrocacbon kỵ nước như mô tả nêu trên, và

tùy ý một hoặc nhiều monome dạng không ion bổ sung tùy ý như được định nghĩa nêu trên.

Phương pháp sản xuất polyme theo sáng chế

Polyme theo sáng chế có thể được sản xuất bằng phương pháp polyme hóa thông thường, cụ thể là bắt đầu từ monome (a), (b), (c), và tùy ý (d), (e), và một hoặc nhiều monome liên kết ngang khác (khác với hợp chất có công thức (I)) như được định nghĩa nêu trên.

Theo một phương án, polyme theo sáng chế có thể được sản xuất bằng phương pháp polyme hóa gốc nhũ tương, thể phân tán hoặc dung dịch.

Theo một phương án khác, polyme theo sáng chế được sản xuất bằng phương pháp polyme hóa gốc nhũ tương.

Phương pháp polyme hóa được thực hiện trong các dung môi thích hợp, trong sự có mặt của các chất hoạt hóa đã biết.

Ví dụ, chất hoạt hóa polyme hóa có thể là muối persulfat, như amoni persulfat.

Phương pháp polyme hóa gốc nhũ tương có thể được thực hiện trong sự có mặt của ít nhất một chất hoạt động bề mặt và tùy ý ít nhất một chất chuyển chuỗi, để điều chỉnh khối lượng phân tử của các chuỗi được tạo ra trong phương pháp polyme hóa.

Ví dụ về chất hoạt động bề mặt có thể được sử dụng bao gồm:

chất hoạt động bề mặt dạng anion, ví dụ muối của axit béo, muối alkyl sulfat (như natri lauryl sulfat), muối alkyl ete sulfat (như natri lauryl ete sulfat), muối alkylbenzensulfonat (như natri dodexylbenzensulfonat), muối alkyl phosphat hoặc muối sulfosuccinat dieste, muối cocoamphoaxetat (như natri cocoamphoaxetat), muối cocoamphodiaxetat (như natri cocoamphodiaxetat), muối lauroyl glutamat (như natri lauroyl glutamat), muối cocoyl isethionat (như natri cocoyl isethionat), muối lauroyl metyl isethionat (như natri lauroyl metyl isethionat), muối metyl cocoyl taurat (như natri metyl cocoyl taurat), muối metyl oleyl taurat (như natri metyl oleyl taurat), muối lauroyl sarcosinat (như natri lauroyl sarcosinat), muối laureth-3 sulfosuccinat (như natri laureth-3 sulfosuccinat), muối axit amin cocoyl có nguồn gốc từ tảo (như natri cocoyl aminat có nguồn gốc từ tảo), muối axit amin cocoyl có nguồn gốc từ yến mạch (như natri cocoyl aminat có nguồn gốc từ yến mạch),

chất hoạt động bề mặt dạng không ion, ví dụ polyoxyetylen alkyl ete hoặc este của axit béo polyoxyetylen,

chất hoạt động bề mặt dạng cation, ví dụ alkyl-amoni halogenua và/hoặc aryl-amoni halogenua bậc bốn,

chất hoạt động bề mặt dạng ion lưỡng tính hoặc lưỡng tính, ví dụ chất hoạt động bề mặt chứa nhóm betain, và

hỗn hợp của chúng.

Ví dụ về chất chuyển chuỗi thích hợp bao gồm hợp chất mercaptan chứa ít nhất 4 nguyên tử cacbon, như butyl mercaptan, n-octyl mercaptan, n-dodexyl mercaptan và tert-dodexyl mercaptan.

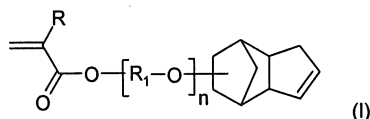
Phương pháp polyme hóa nhũ tương được thực hiện trong môi trường phân tán chứa nước.

Do đó, theo một khía cạnh khác, sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất polyme nêu trên bằng phản ứng polyme hóa gốc, bao gồm ít nhất một bước polyme hóa hỗn hợp chứa:

ít nhất một monome dạng anion (a) có nhóm vinyl có thể polyme hóa,

ít nhất một monome kỵ nước dạng không ion (b) có nhóm vinyl có thể polyme hóa,

một hoặc nhiều monome liên kết ngang (c) chứa ít nhất một hợp chất có công thức (I):



trong đó:

$\text{R}$  là nguyên tử hydro hoặc nhóm methyl,

$n$  bằng 0 hoặc là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 30, ví dụ nằm trong khoảng từ 1 đến 20, hoặc nằm trong khoảng từ 1 đến 15, hoặc nằm trong khoảng từ 1 đến 10, và

$\text{R}_1$  là nhóm alkyl  $\text{C}_1$ - $\text{C}_{20}$  mạch thẳng hoặc mạch nhánh,

tùy ý ít nhất một monome (d) có nhóm vinyl có thể polyme hóa và ít nhất một chuỗi hydrocacbon kỵ nước  $\text{C}_{10}$ , tốt hơn nếu chuỗi hydrocacbon kỵ nước  $\text{C}_{12}$ - $\text{C}_{36}$ , tùy ý được oxyalkyl hóa, khác với monome (b), và

tùy ý ít nhất một monome bổ sung (e) tùy ý là monome dạng không ion, khác với monome (b).

Polyme theo sáng chế cũng có thể được polyme hóa bằng phương pháp tổng hợp nhũ tương ngược pha. Liên quan đến phương pháp này, các monome được hòa tan trong nước, monome dạng anion có tính axit tùy ý được trung hòa một phần hoặc toàn bộ. Sau

đó, dung dịch monome này được nhũ hóa trong dung môi, ví dụ hỗn hợp chứa alkan hoặc phân cắt dầu mỏ, hoặc hỗn hợp chứa dầu tự nhiên hoặc tổng hợp. Sau đó, polyme được tổng hợp bằng cách sử dụng các chất hoạt hóa hòa tan trong nước, cho phép polyme hóa trong mỗi giọt nhũ tương trong pha dầu liên tục. Phương pháp này cũng có thể thu được các polyme có khối lượng phân tử cao hơn so với phương pháp polyme hóa nhũ tương trực tiếp trong nước.

Polyme theo sáng chế cũng có thể được polyme hóa bằng phương pháp tổng hợp pha dung môi. Liên quan đến phương pháp này, các monome được hòa tan trong dung môi hoặc hỗn hợp dung môi, như dung môi clo, dung môi thơm hoặc dung môi dễ bay hơi khác. Sau đó phản ứng polyme hóa được thực hiện bằng cách sử dụng các chất hoạt hóa hòa tan trong dung môi. Các chuỗi polyme kết tủa trong giai đoạn kéo dài chuỗi của chúng ở dạng bột rắn, sau đó được phân tách bằng cách lọc, sau đó các dung môi còn dư được loại bỏ bằng cách làm bay hơi trong điều kiện chân không. Phương pháp này cũng có thể thu được các polyme có khối lượng phân tử cao hơn so với phương pháp polyme hóa nhũ tương trực tiếp trong nước.

Theo phương án cụ thể, khi polyme theo sáng chế là polyme đa pha, thì polyme này có thể được sản xuất liên tục, bằng phương pháp polyme hóa gốc nhũ tương, thể phân tán hoặc dung dịch, tốt hơn nếu trong ít nhất hai bước liên tiếp như được mô tả dưới đây, trong đó bước thứ nhất là như được định nghĩa nêu trên và cho phép sản xuất polyme thứ nhất P1.

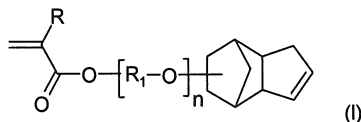
Tốt hơn nếu, polyme đa pha theo sáng chế được sản xuất bằng phản ứng polyme hóa gốc trong ít nhất hai bước, polyme P1 và polyme P2 được sản xuất trong hai bước polyme hóa nhũ tương liên tiếp, cụ thể theo thứ tự này: P1 và sau đó P2.

Phản ứng polyme hóa được thực hiện trong điều kiện thích hợp như mô tả nêu trên.

Do đó, theo phương án cụ thể, phương pháp theo sáng chế cũng bao gồm ít nhất bước tiếp theo sau:

polyme hóa hỗn hợp thứ hai chứa các monome trong sự có mặt của polyme P1 thu được ở thời điểm kết thúc bước polyme hóa trong phương pháp nêu trên, để thu được polyme thứ hai P2 chứa:

ít nhất một monome dạng anion (a') có nhóm vinyl có thể polyme hóa,  
 ít nhất một monome kỵ nước dạng không ion (b') có nhóm vinyl có thể polyme hóa,  
 một hoặc nhiều monome liên kết ngang (c') chứa ít nhất một hợp chất có công thức (I):



trong đó:

R là nguyên tử hydro hoặc nhóm metyl,

n bằng 0 hoặc là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 30, ví dụ nằm trong khoảng từ 1 đến 20, hoặc nằm trong khoảng từ 1 đến 15, hoặc nằm trong khoảng từ 1 đến 10, và

R<sub>1</sub> là nhóm alkyl C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub> mạch thẳng hoặc mạch nhánh,

tùy ý ít nhất một monome (d') có nhóm vinyl có thể polyme hóa và ít nhất một chuỗi hydrocacbon kỵ nước C<sub>10</sub>, ví dụ chuỗi hydrocacbon kỵ nước C<sub>12</sub>-C<sub>36</sub>, tùy ý được oxyalkyl hóa, khác với monome (b'), và

tùy ý ít nhất một monome bổ sung (e') tùy ý là monome dạng không ion, khác với monome (b').

Từ quan điểm thực tế, bước thứ nhất bao gồm công đoạn cho các monome tạo ra polyme P1 tiếp xúc với chất hoạt hóa polyme hóa, công đoạn tiếp xúc này có thể được thực hiện theo cách thức gián đoạn, hoặc theo mẻ, hoặc bán liên tục theo mẻ hoặc bán liên tục (công đoạn tiếp xúc này được thực hiện trong thời gian từ vài phút đến vài giờ).

Từ quan điểm thực tế, bước thứ hai (bước sản xuất polyme P2) bao gồm các công đoạn sau:

công đoạn bổ sung các monome tạo ra polyme P2 vào môi trường phân tán chứa polyme đã được tạo ra P1, công đoạn bổ sung này có thể được thực hiện theo cách thức gián đoạn, hoặc theo mẻ, hoặc bán liên tục theo mẻ hoặc bán liên tục (công đoạn bổ sung này được thực hiện trong thời gian từ vài phút đến vài giờ), và

bước nạp chất hoạt hóa polyme hóa theo cách thức bán liên tục đồng thời hoặc sau công đoạn bổ sung theo cách thức gián đoạn này,.

#### Sử dụng polyme theo sáng chế

Polyme theo sáng chế đặc biệt thích hợp để sử dụng làm chất cải biến đặc tính lưu biến trong rất nhiều chế phẩm dạng nước. Chế phẩm dạng nước có thể được sử dụng trong nhiều lĩnh vực công nghiệp và đặc biệt là chế phẩm lỏng để khoan, chế phẩm gốm, và chế phẩm màu phủ giấy. Ví dụ cụ thể về chế phẩm dạng nước bao gồm chế phẩm tẩy rửa chứa chất hoạt động bề mặt, như chế phẩm chăm sóc cá nhân hoặc chế phẩm gia dụng. Thuật ngữ “chế phẩm chăm sóc cá nhân” được dùng trong bản mô tả để chỉ mỹ phẩm, chế phẩm vệ sinh cá nhân, sản phẩm vệ sinh và chế phẩm làm sạch để sử dụng cho cơ thể người hoặc động vật (bao gồm da, tóc và móng), ví dụ dầu gội đầu. Thuật ngữ “chế phẩm gia dụng” được dùng trong bản mô tả để chỉ chế phẩm được sử dụng để làm sạch hoặc duy trì điều kiện vệ sinh sạch sẽ, ví dụ ở nhà bếp, phòng tắm, sản phẩm tẩy rửa, sản phẩm giặt, v.v..

Do đó, theo một khía cạnh khác, sáng chế đề cập đến chế phẩm dạng nước chứa ít nhất một polyme theo sáng chế hoặc polyme thu được bằng phương pháp nêu trên.

Polyme theo sáng chế có thể được sử dụng trong chế phẩm dạng nước ở hàm lượng nằm trong khoảng từ 0,1% đến 20% khối lượng, tốt hơn nếu nằm trong khoảng từ 0,5% đến 12% khối lượng, tính theo tổng khối lượng của chế phẩm này.

Như được mô tả trong các ví dụ sau, polyme theo sáng chế có cả đặc tính làm đặc, độ trong suốt và khả năng gây thấm ổn định cao. Nói cách khác, có thể sản xuất được chế phẩm dạng nước có độ nhớt mong muốn và chứa pha liên tục trong suốt và các hạt trong hỗn dịch được phân bố đồng nhất trong pha liên tục.

Sáng chế cũng mô tả việc sử dụng polyme theo sáng chế hoặc polyme thu được bằng phương pháp nêu trên làm chất làm đặc và gây thấm ổn định trong chế phẩm dạng nước.

Do đó, polyme theo sáng chế có thể được sử dụng trong chế phẩm chứa nhiều chất hoạt động bề mặt, như sản phẩm tẩy rửa và mỹ phẩm nêu trên.

Sáng chế cũng mô tả việc sử dụng polyme nêu trên trong sản xuất chế phẩm dạng nước ổn định, chứa pha liên tục trong suốt và các hạt trong hỗn dịch được phân bố trong pha liên tục.

Sáng chế cũng đề cập đến tác nhân để thu được chế phẩm dạng nước ổn định, chứa pha liên tục trong suốt và các hạt trong hỗn dịch được phân bố trong pha liên tục, chứa polyme theo sáng chế.

Ngoài độ trong suốt, tác nhân theo sáng chế có thể duy trì trong hỗn dịch các hạt có trong chế phẩm. Do đó việc sử dụng chế phẩm đã được điều chế không cần bước trộn bất kỳ, ngay cả khi chế phẩm này được bảo quản trong vài tuần, hoặc thậm chí vài tháng.

Chế phẩm theo sáng chế có thể chứa các thành phần thường được sử dụng. Chế phẩm theo sáng chế có thể chứa một hoặc nhiều hoạt chất (hoặc thành phần hoạt tính), ở dạng bất kỳ, và không phụ thuộc vào lĩnh vực sử dụng của chế phẩm. Các hoạt chất có thể được hòa tan trong pha liên tục của chế phẩm và/hoặc các hoạt chất có thể ở dạng hạt, không hòa tan trong pha liên tục, và tạo thành toàn bộ hoặc một số hạt trong hỗn dịch.

Chế phẩm theo sáng chế có thể chứa một hoặc nhiều chất hoạt động bề mặt, được chọn từ nhóm bao gồm chất hoạt động bề mặt dạng anion, chất hoạt động bề mặt dạng ion lưỡng tính hoặc chất hoạt động bề mặt dạng lưỡng tính, chất hoạt động bề mặt dạng cation hoặc chất hoạt động bề mặt dạng không ion, và hỗn hợp của chúng.

Sáng chế đề cập đến mỹ phẩm dạng nước, chứa pha liên tục và các hạt trong hỗn dịch trong pha liên tục, pha liên tục và/hoặc các hạt này chứa và/hoặc cấu thành từ hoạt chất dùng trong mỹ phẩm, chế phẩm này chứa polyme nêu trên.

Ví dụ về hoạt chất chứa trong chế phẩm theo sáng chế bao gồm chất nền tẩy rửa để làm sạch cơ thể và/hoặc tóc.

Tốt hơn nếu, chất cải biến đặc tính lưu biến theo sáng chế có độ nhớt hoặc độ trong suốt và đặc tính gây thẩm ổn định mong muốn trong khoảng pH rộng, không chỉ ở độ pH axit, trung tính hoặc bazơ.

Khoảng pH rộng này bao gồm độ pH trung bình của da người. Do đó, chất cải biến đặc tính lưu biến theo sáng chế thích hợp để sử dụng trong mỹ phẩm.

### Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế sẽ được mô tả chi tiết hơn thông qua các ví dụ sau, nhưng không chỉ giới hạn ở các ví dụ này.

Các ký hiệu viết tắt sau được sử dụng:

MAA: axit metacrylic.

EA: etyl acrylat.

MA: monome (d) có công thức (III) trong đó m và p bằng 0, n bằng 25, R<sub>1</sub> là CH<sub>3</sub>, Z là chuỗi mạch nhánh chứa 16 nguyên tử cacbon, tức là 2-hexyldecanyl.

MA1: monome (d) có công thức (III) trong đó m và p bằng 0, n bằng 25, R<sub>1</sub> là CH<sub>3</sub>, Z là chuỗi mạch nhánh chứa 32 nguyên tử cacbon, tức là 2-tetradexyl-octadecanyl.

MA2: monome (d) có công thức (III) trong đó m và p bằng 0, n bằng 25, R<sub>1</sub> là CH<sub>3</sub>, Z là chuỗi mạch thẳng chứa 22 nguyên tử cacbon, tức là docosyl.

MA3: monome (d) có công thức (III) trong đó m và p bằng 0, n bằng 36, R<sub>1</sub> là CH<sub>3</sub>, Z là chuỗi mạch nhánh chứa 20 nguyên tử cacbon, tức là 2-octyldodecanyl.

MA4: monome (d) có công thức (III) trong đó m và p bằng 0, n bằng 30, R<sub>1</sub> là CH<sub>3</sub>, Z là chuỗi oxo chứa 12 nguyên tử cacbon.

FA-512AS (do Hitachi cung cấp): etylen glycol dixyclopentenyl ete acrylat (EGDCPEA).

FA-512MT (do Hitachi cung cấp): etylen glycol dixyclopentenyl ete metacrylat (EGDCPEMA).

FA-511AAS (do Hitachi cung cấp): dixyclopentenyl ete acrylat (DCPEA).

SR 351 (do Sartomer cung cấp): trimetylolpropan triacrylat (TMPTA).

SR 454 (do Sartomer cung cấp): trimetylolpropan triacrylat 3OE (TMPTA 3OE).

TMPDE 90 (do Perstorp cung cấp): trimetylolpropan diallyl ete (TMPDAE).

SR DFM (do Sartomer cung cấp): monometacrylic TMPDAE.

SIPOMER® HPM100 (do Rhodia cung cấp): nopol metacrylat 10OE.

VISIOMER® EGDMA SG (do Evonik cung cấp): etylen glycol dimetacrylat (EDMA).

Ví dụ tổng hợp các polyme theo phương pháp bán liên tục theo mẻ

Phương pháp tổng hợp polyme được thực hiện theo cách thức bán liên tục theo mẻ như sau:

Nước khử ion (432g) và dung dịch chứa natri lauryl ete sulfat với hàm lượng bằng 28% khối lượng (9,29g) được đặt trong thiết bị phản ứng được khuấy dung tích 1L được gia nhiệt bằng bể dầu.

Hỗn hợp sơ bộ chứa các thành phần sau:

etyl acrylat: 196,1g,

axit metacrylic: 99,67g,

monome mạch dài (MA): 25,96g,

EGDCPEA: 1,38g,

nước khử ion: 172,5g, và

dung dịch chứa natri lauryl ete sulfat với hàm lượng bằng 28% khối lượng:

6,47g

được điều chế trong cốc có mỏ.

Hỗn hợp sơ bộ này được khuấy để thu được nhũ tương.

Dung dịch chứa 0,1167g natri persulfat và 5g nước khử ion, được gọi là “dung dịch hoạt hóa 1”, được điều chế.

Dung dịch chứa 0,3g natri persulfat và 50g nước khử ion, được gọi là “dung dịch hoạt hóa 2”, được điều chế.

Dung dịch hoạt hóa 1 được bơm vào khi thiết bị phản ứng được gia nhiệt đến nhiệt độ bằng  $86^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ .

Tiếp theo, dung dịch hoạt hóa 2 được bơm vào thiết bị phản ứng trong 2 giờ và hỗn hợp sơ bộ monome được bơm đồng thời vào thiết bị phản ứng trong 2 giờ.

sau đó 35g nước được bổ sung vào.

Hỗn hợp thu được được gia nhiệt trong 1 giờ nữa ở nhiệt độ bằng  $86^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ .

Sau đó toàn bộ hỗn hợp phản ứng thu được được làm nguội đến nhiệt độ phòng.

Ví dụ tổng hợp polyme đa pha

Phương pháp tổng hợp polyme đa pha như sau:

Nước khử ion (430g) và dung dịch chứa natri lauryl ete sulfat với hàm lượng bằng 28% khối lượng (9,29g) được đặt trong thiết bị phản ứng được khuấy dung tích 1L được gia nhiệt bằng bể dầu.

Hỗn hợp sơ bộ P1 chứa các thành phần sau:

etyl acrylat: 131,74g,

axit metacrylic: 81,86g,

monome mạch dài (MA): 19,82g,

EGDCPEA: 1,05g,

nước khử ion: 139,1g, và

dung dịch chứa natri lauryl ete sulfat với hàm lượng bằng 28% khối lượng:  
4,93g

được điều chế trong cốc có mỏ.

Hỗn hợp sơ bộ này được khuấy để thu được nhũ tương.

Hỗn hợp sơ bộ P2 chứa các thành phần sau:

etyl acrylat: 54,75g,

axit metacrylic: 26,74g,

monome mạch dài (MA): 6,14g,

EGDCPEA: 0,33g,

nước khử ion: 42,8g, và

dung dịch chứa natri lauryl ete sulfat với hàm lượng bằng 28% khối lượng:  
1,54g

được điều chế trong cốc có mỏ.

Hỗn hợp sơ bộ này được khuấy để thu được nhũ tương.

Dung dịch chứa 0,318g natri persulfat và 5g nước khử ion, được gọi là dung dịch hoạt hóa 1, được điều chế.

Dung dịch chứa 0,269g natri persulfat và 50g nước khử ion, được gọi là dung dịch hoạt hóa 2, được điều chế.

Dung dịch hoạt hóa 1 được bơm vào khi thiết bị phản ứng được gia nhiệt đến nhiệt độ bằng  $86^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ .

Tiếp theo, dung dịch hoạt hóa 2 được bơm vào thiết bị phản ứng trong 2 giờ và đồng thời hỗn hợp sơ bộ monome P1 được bơm vào thiết bị phản ứng trong 90 phút, sau đó bổ sung hỗn hợp sơ bộ P2 trong 30 phút.

sau đó 35g nước được bổ sung vào.

Hỗn hợp thu được được gia nhiệt trong 1 giờ nữa ở nhiệt độ bằng  $86^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ .

Sau đó toàn bộ hỗn hợp phản ứng thu được được làm nguội đến nhiệt độ phòng.

Toàn bộ các polyme được thể hiện trong các ví dụ sau được tổng hợp trong điều kiện mô tả nêu trên, có thay đổi thành phần của các monome trong các hỗn hợp sơ bộ monome.

Thành phần của polyme được thể hiện dưới dạng tỷ lệ phần trăm khối lượng của mỗi monome tính theo tổng khối lượng của các monome tạo ra polyme này.

Tương tự, khi polyme theo sáng chế là polyme đa pha, thì thành phần của polyme P1 và tương ứng là thành phần của polyme P2 được thể hiện dưới dạng tỷ lệ phần trăm khối lượng của mỗi monome tính theo tổng khối lượng của các monome tạo ra polyme P1 và tương ứng là các monome tạo ra polyme P2.

Đánh giá trong chế phẩm dạng nước

Polyme thử nghiệm trong chế phẩm dạng nước, có thành phần được thể hiện trong Bảng 1 (2,4% hoặc 3% khối lượng của polyme tính theo tổng khối lượng của chế phẩm).

Bảng 1

| Hợp chất                       | Hàm lượng (% khối lượng) |
|--------------------------------|--------------------------|
| Natri lauryl ete sulfat (SLES) | 9                        |
| Cocamidopropyl betain (CAPB)   | 3                        |
| Polyme thử nghiệm              | 2,4 hoặc 3               |
| Nước                           | vừa đủ 100               |

Độ pH của chế phẩm được điều chỉnh đến độ pH = 5, 6 hoặc 7 bằng cách bổ sung axit lactic hoặc natri hydroxit.

Các đặc tính được đánh giá

Độ trong suốt, độ nhớt và đặc tính gây thấm ổn định của các chế phẩm này được đánh giá.

Độ trong suốt

Độ trong suốt của chế phẩm này được đánh giá bằng cách đo độ truyền qua theo quy trình sau:

Độ truyền qua được đo bằng thiết bị quang phổ Genesys 10 UV™ UV (Cole Parmer), được trang bị công đo Rotilabo-Einmal Kuvetten PS, có dung tích 4,5mL. Cụ thể, thiết bị này được gia nhiệt trước trong 10 phút trước khi sử dụng. Trước tiên, độ truyền qua của “mẫu trắng” được đo bằng cách sử dụng công đo chứa 3,8mL nước khử ion hai lần. Sau đó, độ truyền qua của chế phẩm thử nghiệm được đo bằng cách sử dụng công đo chứa 3,8mL dung dịch chế phẩm này. Sau đó, độ truyền qua được đo ở bước sóng bằng 500nm. Độ truyền qua (biểu diễn dưới dạng tỷ lệ phần trăm) càng cao, thì mỹ phẩm này càng trong suốt.

Như nêu trên, khi độ truyền qua ở bước sóng bằng 500nm ít nhất bằng 60%, thì chế phẩm này được xem là trong suốt.

Độ nhớt

Độ nhớt của chế phẩm được đo bằng nhớt kế kiểu Brookfield, LVT. Trước khi đo độ nhớt, mỗi chế phẩm được để yên trong 24 giờ ở nhiệt độ 25°C. Trục quay phải được căn chỉnh chính tâm so với chu vi của bình.

Sau đó, độ nhớt được đo ở tốc độ bằng 6 vòng/phút bằng cách sử dụng môđun thích hợp. Nhớt kế được để quay cho đến khi độ nhớt ổn định.

Chất cải biến đặc tính lưu biến cần tạo ra độ nhớt đầy đủ cho chế phẩm chứa chất cải biến này. Nhìn chung, độ nhớt mong muốn đối với chế phẩm được làm đặc là lớn hơn 4,000 mPa.s, cụ thể lớn hơn 6,000 mPa.s và cụ thể hơn lớn hơn 8,000 mPa.s.

Đặc tính gây thấm ổn định

Độ đàn hồi nhớt của chế phẩm được đo bằng cách sử dụng lưu biến kế Haake-Mars III. Độ biến thiên  $\tan(\delta)$ , và  $G'$  là hàm số của ứng suất (nằm trong khoảng từ 0 đến 1000 dyn/cm<sup>2</sup>) được đo ở nhiệt độ 25°C bằng cách sử dụng khẩu hình 1° hình nón/tấm. Trị số  $\tan(\delta)$ , và  $G'$  ở ứng suất bằng 10 dyn/cm<sup>2</sup> được ngoại suy và độ kháng đàn hồi được suy ra từ các trị số đo này.

Nhìn chung, độ ổn định của các hạt chứa trong chế phẩm thu được đối với các trị số tổ hợp là  $G' > 60$  Pa,  $\tan(\delta) < 0,55$  và độ kháng đàn hồi  $> 70$  dyn/cm<sup>2</sup>.

#### Ví dụ 1: Polyme theo sáng chế

Polyme thử nghiệm, tức là polyme 1 đến polyme 20, được thể hiện trong Bảng 2 đến 6, là các polyme theo sáng chế được tổng hợp theo các phương pháp nêu trên.

Cụ thể hơn, polyme 1 đến polyme 14 là các polyme được tổng hợp theo phương pháp bán liên tục theo mẻ, trong khi đó các polyme 15 đến polyme 20 là các polyme đa pha.

Cụ thể, lưu ý rằng:

Polyme 1 và polyme 2, được thể hiện trong Bảng 2, là các polyme không chứa monome bất kỳ (d),

Polyme 3 đến polyme 9 và polyme 15 đến polyme 20, được thể hiện trong Bảng 2, 3 và 5, là các polyme chứa các monome liên kết ngang khác nhau (c), và

Polyme 10 đến polyme 14, được thể hiện trong Bảng 4, là các polyme chứa các monome khác nhau (d).

Bảng 2

| Polyme thử nghiệm       |                                         | Polyme 1     | Polyme 2     | Polyme 3     | Polyme 4      | Polyme 5   |
|-------------------------|-----------------------------------------|--------------|--------------|--------------|---------------|------------|
| Tổng thành phần         | EA                                      | 64,00        | 63,82        | 62,52        | 62,52         |            |
|                         | MAA                                     | 35,40        | 35,26        | 34,54        | 34,54         |            |
|                         | MA                                      | -            | -            | 2,04         | 2,04          |            |
|                         | Monome liên kết ngang (c)               | 0,60 EGDCPEA | 0,92 EGDCPEA | 0,90 EGDCPEA | 0,90 EGDCPEMA | 0,90 DCPEA |
| 3% hoạt chất, độ pH = 7 | $G'$ (Pa)                               | 97           | 70           | 77           | 91            |            |
|                         | $\tan(\delta)$                          | 0,36         | 0,40         | 0,54         | 0,54          |            |
|                         | Độ kháng đàn hồi (dyn/cm <sup>2</sup> ) | 110          | 80           | 110          | 120           | 115        |
|                         | T (500nm) (%)                           | 98           | 96           | 97           | 98            | 93         |

|                      |                            |       |       |       |       |       |
|----------------------|----------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|
|                      | Độ nhớt Brookfield (mPa.s) | 17500 | 8700  | 15400 | 19900 | 18200 |
| 3% hoạt chất, pH = 6 | Độ nhớt Brookfield (mPa.s) | 25300 | 25700 | 29000 | 29000 | 28500 |
| 3% hoạt chất, pH = 5 | Độ nhớt Brookfield (mPa.s) | 12200 | 12300 | 16500 | 16500 | 17600 |

Bảng 3

| Polyme thử nghiệm         |                                         | Polyme 6     | Polyme 7     | Polyme 8                     | Polyme 9                         |
|---------------------------|-----------------------------------------|--------------|--------------|------------------------------|----------------------------------|
| Tổng thành phần           | EA                                      | 60,44        | 60,80        | 60,3                         |                                  |
|                           | MAA                                     | 30,91        | 31,10        | 31,00                        | 31,00                            |
|                           | MA                                      | 7,80         | 7,80         | 7,80                         | 7,80                             |
|                           | Monome liên kết ngang (c)               | 0,85 EGDCPEA | 0,30 EGDCPEA | 0,90 EGDCPEA + TMPTA (50/50) | 0,90 EGDCPEA + TMPTA 3OE (50/50) |
| 2,4% hoạt chất, độ pH = 6 | G' (Pa)                                 | 120          | 75           | 108                          | 126                              |
|                           | Tan ( $\delta$ )                        | 0,30         | 0,45         | 0,31                         | 0,30                             |
|                           | Độ kháng đàn hồi (dyn/cm <sup>2</sup> ) | 115          | 120          | 110                          | 120                              |
|                           | T (500nm) (%)                           | 89           | 95           | 90                           | 90                               |
|                           | Độ nhớt Brookfield (mPa.s)              | 17400        | 16400        | 17400                        | 19300                            |
| 2,4% hoạt chất, độ pH = 5 | G' (Pa)                                 | 107          | 66           | 105                          | 109                              |
|                           | Tan ( $\delta$ )                        | 0,30         | 0,44         | 0,31                         | 0,30                             |
|                           | Độ kháng đàn hồi (dyn/cm <sup>2</sup> ) | 110          | 90           | 110                          | 110                              |
|                           | T (500nm) (%)                           | 85           | 93           | 87                           | 87                               |
|                           | Độ nhớt Brookfield (mPa.s)              | 15700        | 14000        | 15100                        | 16300                            |

Bảng 4

| Polyme thử nghiệm         |                                         | Polyme 10 | Polyme 11 | Polyme 12 | Polyme 13 | Polyme 14 |
|---------------------------|-----------------------------------------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| Tổng thành phần           | EA                                      | 60,67     | 60,67     | 60,67     | 60,67     | 60,67     |
|                           | MAA                                     | 31,10     | 31,10     | 31,10     | 31,10     | 31,10     |
|                           | Monome (d)                              | 7,80 MA   | 7,80 MA1  | 7,80 MA2  | 7,80 MA3  | 7,80 MA4  |
|                           | EGDCPEA                                 | 0,43      | 0,43      | 0,43      | 0,43      |           |
| 2,4% hoạt chất, độ pH = 6 | G' (Pa)                                 | 119       | 109       | 100       | 173       | 92        |
|                           | Tan ( $\delta$ )                        | 0,33      | 0,30      | 0,40      | 0,42      | 0,26      |
|                           | Độ kháng đàn hồi (dyn/cm <sup>2</sup> ) | 150       | 110       | 110       | 300       | 100       |
|                           | T (500nm) (%)                           | 93        | 80        | 94        | 91        | 91        |
|                           | Độ nhớt Brookfield (mPa.s)              | 19200     | 16000     | 21100     | 45100     | 12300     |

|                           |                                         |       |       |       |       |      |
|---------------------------|-----------------------------------------|-------|-------|-------|-------|------|
| 2,4% hoạt chất, độ pH = 5 | G' (Pa)                                 | 97    | 81    | 96    | 149   | 65   |
|                           | Tan ( $\delta$ )                        | 0,34  | 0,26  | 0,34  | 0,33  | 0,29 |
|                           | Độ kháng đàn hồi (dyn/cm <sup>2</sup> ) | 130   | 85    | 105   | 220   | 80   |
|                           | T (500nm) (%)                           | 91    | 66    | 91    | 83    | 86   |
|                           | Độ nhớt Brookfield (mPa.s)              | 16000 | 10300 | 17300 | 32700 | 9800 |

Bảng 5

| Polyme thử nghiệm       |                                         | Polyme 15       | Polyme 16        |
|-------------------------|-----------------------------------------|-----------------|------------------|
| Thành phần P1           | EA                                      | 60,34           | 60,17            |
|                         | MAA                                     | 36,79           | 36,69            |
|                         | MA                                      | 2,17            | 2,17             |
|                         | Monome liên kết ngang (c)               | 0,70<br>EGDCPEA | 0,97<br>EGDCPEMA |
| Thành phần P2           | EA                                      | 67,70           | 68,15            |
|                         | MAA                                     | 29,20           | 29,40            |
|                         | MA                                      | 1,72            | 1,73             |
|                         | Monome liên kết ngang (c)               | 1,38<br>EGDCPEA | 0,72<br>EGDCPEMA |
| Tổng thành phần         | EA                                      | 62,52           | 62,52            |
|                         | MAA                                     | 34,54           | 34,54            |
|                         | MA                                      | 2,04            | 2,04             |
|                         | Monome liên kết ngang (c)               | 0,90            | 0,90             |
| Hàm lượng P1            |                                         | 70,40           | 70,60            |
| Hàm lượng P2            |                                         | 29,60           | 29,40            |
| 3% hoạt chất, độ pH = 7 | G' (Pa)                                 | 83              | 68               |
|                         | Tan ( $\delta$ )                        | 0,51            | 0,51             |
|                         | Độ kháng đàn hồi (dyn/cm <sup>2</sup> ) | 115             | 95               |
|                         | T (500nm) (%)                           | 97              | 97               |
|                         | Độ nhớt Brookfield (mPa.s)              | 17100           | 20400            |
| 3% hoạt chất, độ pH = 6 | Độ nhớt Brookfield (mPa.s)              | 29700           | 29500            |
| 3% hoạt chất, độ pH = 5 | Độ nhớt Brookfield (mPa.s)              | 13300           | 14600            |

Bảng 6

| Polyme thử nghiệm |                           | Polyme 17       | Polyme 18       | Polyme 19        | Polyme 20     |
|-------------------|---------------------------|-----------------|-----------------|------------------|---------------|
| Thành phần P1     | EA                        | 55,92           | 56,16           | 55,92            | 55,92         |
|                   | MAA                       | 35,00           | 35,16           | 35,00            | 35,00         |
|                   | MA                        | 8,19            | 8,23            | 8,19             | 8,19          |
|                   | Monome liên kết ngang (c) | 0,89<br>EGDCPEA | 0,45<br>EGDCPEA | 0,89<br>EGDCPEMA | 0,89<br>DCPEA |

|                           |                                         |              |              |               |            |
|---------------------------|-----------------------------------------|--------------|--------------|---------------|------------|
| Thành phần P2             | EA                                      | 62,00        | 62,23        | 62,00         | 62,00      |
|                           | MAA                                     | 30,50        | 30,61        | 30,50         | 30,50      |
|                           | MA                                      | 6,76         | 6,79         | 6,76          | 6,76       |
|                           | Monome liên kết ngang (c)               | 0,74 EGDCPEA | 0,38 EGDCPEA | 0,74 EGDCPEMA | 0,74 DCPEA |
| Tổng thành phần           | EA                                      | 57,58        | 57,82        | 57,58         | 57,58      |
|                           | MAA                                     | 33,77        | 33,92        | 33,77         | 33,77      |
|                           | MA                                      | 7,80         | 7,83         | 7,80          | 7,80       |
|                           | Monome liên kết ngang (c)               | 0,85         | 0,43         | 0,85          | 0,85       |
| Hàm lượng P1              |                                         | 72,74        | 72,72        | 72,74         | 72,74      |
| Hàm lượng P2              |                                         | 27,26        | 27,28        | 27,26         | 27,26      |
| 2,4% hoạt chất, độ pH = 6 | G' (Pa)                                 | 94           | 141          | 97            | 73         |
|                           | Tan ( $\delta$ )                        | 0,29         | 0,28         | 0,30          | 0,47       |
|                           | Độ kháng đàn hồi (dyn/cm <sup>2</sup> ) | 85           | 150          | 100           | 75         |
|                           | T (500nm)                               | 78           | 88           | 81            | 94         |
|                           | Độ nhớt Brookfield (mPa.s)              | 11800        | 19500        | 13200         | 8700       |
|                           |                                         |              |              |               |            |
| 2,4% hoạt chất, độ pH = 5 | G' (Pa)                                 | 140          | 139          | 144           | 121        |
|                           | Tan ( $\delta$ )                        | 0,25         | 0,25         | 0,24          | 0,25       |
|                           | Độ kháng đàn hồi                        | 120          | 150          | 130           | 120        |
|                           | T (500nm)                               | 69           | 80           | 69            | 65         |
|                           | Độ nhớt Brookfield (mPa.s)              | 14600        | 18700        | 15300         | 13500      |
|                           |                                         |              |              |               |            |

Các kết quả thể hiện trong Bảng 2 đến 6 cho thấy polyme theo sáng chế không chỉ có đặc tính làm đặc cao, mà còn có thể thu được chế phẩm có đặc tính gây thấm ổn định và độ trong suốt cao đối với toàn bộ polyme thử nghiệm.

Ngoài ra, các kết quả được thể hiện trong Bảng 3 đối với polyme 8 và polyme 9 cho thấy có thể sử dụng monome liên kết ngang bổ sung (c), trong trường hợp của TMPTA hoặc TMPTA 3OE, ngoài hợp chất có công thức (I), trong trường hợp của EGDCPEA.

Ví dụ 2: Các polyme không theo sáng chế

Polyme thử nghiệm, tức là polyme C1 đến C9, được thể hiện trong Bảng 7 đến 10, là các polyme không theo sáng chế được tổng hợp theo các phương pháp nêu trên và

chứa monome liên kết ngang không giống với monome liên kết ngang được sử dụng trong sáng chế. Cụ thể hơn, các polyme C1 đến C6 là các polyme được tổng hợp theo phương pháp bán liên tục theo mẻ, trong khi đó các polyme C7 đến C9 là các polyme đa pha.

Bảng 7

| Polyme thử nghiệm       |                                         | Polyme C1<br>không theo sáng<br>chế  | Polyme C2<br>không theo sáng<br>chế | Polyme C3<br>không theo sáng<br>chế                    |
|-------------------------|-----------------------------------------|--------------------------------------|-------------------------------------|--------------------------------------------------------|
| Tổng thành phần         | EA                                      | 63,54                                | 62,52                               | 62,52                                                  |
|                         | MAA                                     | 35,56                                | 34,54                               | 34,54                                                  |
|                         | MA                                      | -                                    | 2,04                                | 2,04                                                   |
|                         | Monome liên kết ngang (c)               | 0,90<br>TMPTA +<br>TMPDAE<br>(75/25) | 0,90<br>TMPTA                       | 0,90<br>TMPTA +<br>monometacrylic<br>TMPDAE<br>(63/37) |
| 3% hoạt chất, độ pH = 7 | G' (Pa)                                 | 29                                   | 44                                  | 49                                                     |
|                         | Tan ( $\delta$ )                        | 0,56                                 | 0,90                                | 0,58                                                   |
|                         | Độ kháng đàn hồi (dyn/cm <sup>2</sup> ) | 30                                   | 55                                  | 40                                                     |
|                         | T (500nm) (%)                           | 92                                   | 98                                  | 97                                                     |
|                         | Độ nhớt Brookfield (mPa.s)              | 5100                                 | 14000                               | 9100                                                   |
| 3% hoạt chất, độ pH     | Độ nhớt Brookfield (mPa.s)              | 23600                                | 8800                                | 24300                                                  |
| 3% hoạt chất, độ pH     | Độ nhớt Brookfield (mPa.s)              | 14500                                | 5300                                | 14400                                                  |

Bảng 8

| Polyme thử nghiệm    |                                         | Polyme C4 không<br>theo sáng chế | Polyme C5 không theo<br>sáng chế |
|----------------------|-----------------------------------------|----------------------------------|----------------------------------|
| Tổng thành phần      | EA                                      | 62,52                            | 62,52                            |
|                      | MAA                                     | 34,54                            | 34,54                            |
|                      | MA                                      | 2,04                             | 2,04                             |
|                      | Monome liên kết ngang (c)               | 0,90<br>5-vinyl-2-norbornen      | 0,90<br>nopol metacrylat 10 OE   |
| 3% hoạt chất, pH = 7 | G' (Pa)                                 | 52                               | 55                               |
|                      | Tan ( $\delta$ )                        | 1,23                             | 1,88                             |
|                      | Độ kháng đàn hồi (dyn/cm <sup>2</sup> ) | 40                               | 120                              |
|                      | T (500nm) (%)                           | 95                               | 99                               |
|                      | Độ nhớt Brookfield (mPa.s)              | 3800                             | 20100                            |
| 3% hoạt chất, pH = 6 | Độ nhớt Brookfield (mPa.s)              | 8220                             | 1530                             |
| 3% hoạt chất, pH = 5 | Độ nhớt Brookfield (mPa.s)              | 4880                             | 2970                             |

Bảng 9

| Polyme thử nghiệm         |                                         | Polyme C6<br>không theo sáng chế |
|---------------------------|-----------------------------------------|----------------------------------|
| Tổng thành phần           | EA                                      | 60,44                            |
|                           | MAA                                     | 30,91                            |
|                           | MA                                      | 7,80                             |
|                           | Monome liên kết ngang (c)               | 0,85<br>TMPTA                    |
| 2,4% hoạt chất,<br>pH = 6 | G' (Pa)                                 | 42                               |
|                           | Tan ( $\delta$ )                        | 0,58                             |
|                           | Độ kháng đàn hồi (dyn/cm <sup>2</sup> ) | 50                               |
|                           | T (500nm) (%)                           | 94                               |
|                           | Độ nhớt Brookfield (mPa.s)              | 12400                            |
| 2,4% hoạt chất,<br>pH = 5 | G' (Pa)                                 | 32                               |
|                           | Tan ( $\delta$ )                        | 0,58                             |
|                           | Độ kháng đàn hồi (dyn/cm <sup>2</sup> ) | 40                               |
|                           | T (500nm) (%)                           | 92                               |
|                           | Độ nhớt Brookfield (mPa.s)              | 10800                            |

Bảng 10

| Polyme thử nghiệm            |                                            | Polyme C7<br>không theo<br>sáng chế | Polyme C8 không<br>theo sáng chế                   | Polyme C9 không theo<br>sáng chế |
|------------------------------|--------------------------------------------|-------------------------------------|----------------------------------------------------|----------------------------------|
| Thành phần<br>P1             | EA                                         | 55,92                               | 55,92                                              | 55,92                            |
|                              | MAA                                        | 35,00                               | 35,00                                              | 35,00                            |
|                              | MA                                         | 8,19                                | 8,19                                               | 8,19                             |
|                              | Monome liên kết ngang<br>(c)               | 0,89<br>EDMA                        | 0,89<br>Trixyclodecan<br>dimetanol<br>dimetacrylat | 0,89<br>5-vinyl-2-norbornen      |
| Thành phần<br>P2             | EA                                         | 62,00                               | 62,00                                              | 62,00                            |
|                              | MAA                                        | 30,50                               | 30,50                                              | 30,50                            |
|                              | MA                                         | 6,76                                | 6,76                                               | 6,76                             |
|                              | Monome liên kết ngang<br>(c)               | 0,74<br>EDMA                        | 0,74<br>Trixyclodecan<br>dimetanol<br>dimetacrylat | 0,74<br>5-vinyl-2-norbornen      |
| Tổng thành<br>phần           | EA                                         | 57,58                               | 57,58                                              | 57,58                            |
|                              | MAA                                        | 33,77                               | 33,77                                              | 33,77                            |
|                              | MA                                         | 7,80                                | 7,80                                               | 7,80                             |
|                              | Monome liên kết ngang<br>(c)               | 0,85<br>EDMA                        | 0,85<br>Trixyclodecan<br>dimetanol<br>dimetacrylat | 0,85<br>5-vinyl-2-norbornen      |
| Hàm lượng P1                 |                                            | 72,74                               | 72,74                                              | 72,74                            |
| Hàm lượng P2                 |                                            | 27,26                               | 27,26                                              | 27,26                            |
| 2,4% hoạt<br>chất,<br>pH = 6 | G' (Pa)                                    | 28                                  | 26                                                 | Không xác định                   |
|                              | Tan ( $\delta$ )                           | 0,71                                | 0,78                                               | Không xác định                   |
|                              | Độ kháng đàn hồi<br>(dyn/cm <sup>2</sup> ) | 40                                  | 40                                                 | Không xác định                   |

|                           |                    |      |      |                |
|---------------------------|--------------------|------|------|----------------|
|                           | T (500nm) (%)      | 95   | 97   | 55             |
|                           | Độ nhớt Brookfield | 7900 | 8100 | 1100           |
| 2,4% hoạt chất,<br>pH = 5 | G' (Pa)            | 28   | 25   | Không xác định |
|                           | Tan ( $\delta$ )   | 0,65 | 0,68 | Không xác định |
|                           | Độ kháng đàn hồi   | 40   | 35   | Không xác định |
|                           | T (500nm) (%)      | 94   | 95   | 45             |
|                           | Độ nhớt Brookfield | 9000 | 8700 | 3100           |

Nhìn chung, các kết quả được thể hiện trong Bảng 7 đến 10 cho thấy đặc tính làm đặc, đặc tính gây thấm ổn định và độ trong suốt của các polyme này thay đổi theo bản chất monome liên kết ngang được sử dụng không theo sáng chế.

Các phép so sánh được mô tả dưới đây.

Ví dụ, bằng cách so sánh polyme 6 theo sáng chế (EGDCPEA), và polyme C6 không theo sáng chế (TMPTA), đã thấy rằng chế phẩm chứa polyme 6 có đặc tính gây thấm ổn định cao hơn (trị số G' cao hơn đáng kể và trị số Tan ( $\delta$ ) thấp hơn đáng kể), độ trong suốt tương đương và độ nhớt hoàn toàn cao hơn chế phẩm chứa polyme C6 hoặc TMPTA.

Bằng cách so sánh polyme 2 theo sáng chế (EGDCPEA), và polyme C1 không theo sáng chế (TMPTA + TMPDAE (75/25)), đã thấy rằng chế phẩm chứa polyme 2 có đặc tính gây thấm ổn định cao hơn, và độ trong suốt và độ nhớt tương đương ở độ pH = 6 và độ pH = 5 so với chế phẩm chứa polyme C1 hoặc TMPTA/TMPDAE.

Bằng cách so sánh polyme 3, polyme 4, polyme 5, polyme 15 hoặc polyme 16 theo sáng chế và polyme C2 hoặc polyme C3 không theo sáng chế, đã thấy rằng chế phẩm chứa các polyme theo sáng chế có đặc tính gây thấm ổn định cao hơn và độ trong suốt tương đương chế phẩm chứa polyme C2 hoặc polyme C3.

Bằng cách so sánh polyme 3, polyme 4, polyme 5, polyme 15 hoặc polyme 16 theo sáng chế và polyme C4 không theo sáng chế, đã thấy rằng chế phẩm chứa các polyme theo sáng chế có độ nhớt cao hơn chế phẩm chứa polyme C4.

Bằng cách so sánh polyme 17, polyme 19 hoặc polyme 20 theo sáng chế và polyme C7 hoặc polyme C8 không theo sáng chế, đã thấy rằng chế phẩm chứa các polyme theo sáng chế có đặc tính gây thấm ổn định, độ nhớt cao hơn và độ trong suốt tương đương chế phẩm chứa polyme C7 hoặc polyme C8.

Cuối cùng, bằng cách so sánh polyme 17, polyme 19 hoặc polyme 20 theo sáng chế và polyme C9 không theo sáng chế, đã thấy rằng chế phẩm chứa các polyme theo sáng chế có độ trong suốt và độ nhớt cao hơn chế phẩm chứa polyme C9.

### Ví dụ 3: Chế phẩm gel tắm siêu nhẹ

Ví dụ này mô tả việc sử dụng polyme theo sáng chế trong sản xuất chế phẩm gel tắm siêu nhẹ, và kiểm chứng đặc tính lưu biến (đặc tính gây thấm ổn định và độ nhớt), và đặc tính cảm quan của polyme theo sáng chế.

Do đó, bằng cách sử dụng chế phẩm gel tắm chứa chất hoạt động bề mặt dạng anion và chất hoạt động bề mặt dạng ion lưỡng tính, có thành phần được thể hiện trong Bảng 11, có thể kiểm chứng được độ trong suốt, độ nhớt và đặc tính gây thấm ổn định của chế phẩm này gây ra bởi các chất cải biến đặc tính lưu biến khác nhau bao gồm chất cải biến đặc tính lưu biến đối chiều và chất cải biến đặc tính lưu biến theo sáng chế.

Bảng 11

|                                                      |                                                         |
|------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------|
| 1-Nước khử ion hai lần                               | vừa đủ 100                                              |
| 2-Texapon® NSO UP (BASF)                             | 32,14                                                   |
| 3-Dehyton® PK 45 (BASF)                              | 6,67                                                    |
| 4-Chất cải biến đặc tính lưu biến                    | <b>Polyme được thử nghiệm ở hàm lượng 3% khối lượng</b> |
| 5-Natri hydroxit                                     | độ pH vừa đủ = $7,0 \pm 0,1$                            |
| 6-Kali sorbat (Nutrinova)                            | 0,40                                                    |
| 7-Hương dâu (Hyteck)                                 | 0,50                                                    |
| 8-Exfoson® Quin 300 đỏ, hạt tẩy tế bào chết (Soniam) | 2,00                                                    |

Phương pháp sản xuất chế phẩm này:

Nước khử ion hai lần (1) được nạp vào cốc có mỏ, sau đó các thành phần (2), và (3) được bổ sung vào kết hợp khuấy.

- Sau khi thu được hỗn hợp đồng nhất hoàn toàn, chất cải biến đặc tính lưu biến (4) được bổ sung vào kết hợp khuấy vừa phải.

- Độ pH được đo, sau đó điều chỉnh đến độ pH =  $7,0 \pm 0,1$  bằng thành phần (5).

- Sau khi kiểm tra độ pH, chất bảo quản (6), và hương dâu (7) được trộn vào kết hợp khuấy vừa phải để thu được chế phẩm gel tắm.

- Cuối cùng, hạt tẩy tế bào chết quinoa (8) được phân tán vào kết hợp khuấy.

Các chất cải biến đặc tính lưu biến được sử dụng làm thành phần (4) trong các thử nghiệm theo ví dụ 3 được thể hiện trong Bảng 12.

Bảng 12

|                                              | <b>Chất cải biến đặc tính lưu biến đối chiếu</b> | <b>Chất cải biến đặc tính lưu biến theo sáng chế</b> | <b>Chất cải biến đặc tính lưu biến không theo sáng chế</b> |
|----------------------------------------------|--------------------------------------------------|------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------|
|                                              | NaCl                                             | Polyme 15                                            | Polyme C3                                                  |
| Độ nhớt Brookfield ở tốc độ bằng 6 vòng/phút | 17,800                                           | 17,100                                               | 9,100                                                      |
| Tan ( $\delta$ )                             | 12                                               | 0,51                                                 | 0,58                                                       |
| Độ kháng đàn hồi (dyn/cm <sup>2</sup> )      | 0                                                | 115                                                  | 40                                                         |
| T (500nm) (%)                                | 98                                               | 97                                                   | 97                                                         |

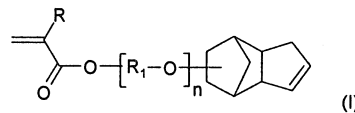
## YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Polyme thu được bằng phản ứng polyme hóa gốc hỗn hợp monome bao gồm:

(a) ít nhất một monome dạng anion (a) có nhóm vinyl có thể polyme hóa,

(b) ít nhất một monome kỵ nước dạng không ion (b) có nhóm vinyl có thể polyme hóa; và

(c) ít nhất một monome liên kết ngang (c) bao gồm ít nhất một hợp chất có công thức (I):



trong đó:

$\text{R}$  là nguyên tử hydro hoặc nhóm metyl,

$n$  bằng 1; và

$\text{R}_1$  là nhóm alkyl  $\text{C}_1$ - $\text{C}_{20}$  mạch thẳng hoặc mạch nhánh.

2. Polyme theo điểm 1, trong đó  $\text{R}_1$  là nhóm  $-(\text{CH}_2)_2-$ .

3. Polyme theo điểm 1, trong đó hỗn hợp monome còn bao gồm:

(d) ít nhất một monome (d) có nhóm vinyl có thể polyme hóa và ít nhất một chuỗi hydrocacbon kỵ nước  $\text{C}_{10}$ , và monome (d) này khác với monome (b).

4. Polyme theo điểm 1, trong đó hỗn hợp monome còn bao gồm:

(e) ít nhất một monome bổ sung (e) tùy ý là monome dạng không ion, và monome bổ sung (e) này khác với monome (b).

5. Polyme theo điểm 1, trong đó ít nhất một monome dạng anion (a) được chọn từ nhóm bao gồm axit acrylic, muối của axit acrylic, axit metacrylic, muối của axit metacrylic, và hỗn hợp của chúng.

6. Polyme theo điểm 1, trong đó hàm lượng của ít nhất một monome dạng anion (a) cao hơn 20% khối lượng, tính theo tổng khối lượng của các monome tạo ra polyme này.

7. Polyme theo điểm 1, trong đó ít nhất một monome kỵ nước dạng không ion (b) được chọn từ nhóm bao gồm alkyl acrylat  $C_1-C_8$ , alkyl metacrylat  $C_1-C_8$ , và hỗn hợp của chúng.
8. Polyme theo điểm 1, trong đó hàm lượng của ít nhất một monome kỵ nước dạng không ion (b) nằm trong khoảng từ 45% đến 75% khối lượng, tính theo tổng khối lượng của các monome tạo ra polyme này.
9. Polyme theo điểm 1, trong đó hỗn hợp monome còn bao gồm ít nhất một monome dưới dạng monome liên kết ngang (c) khác với hợp chất có công thức (I), và được chọn từ nhóm bao gồm trimetylolpropan tri(met)acrylat, trimetylolpropan tri(met)acrylat được etoxy hóa, etylen glycol di(met)acrylat, metylenbisacrylamit, triallylxyanurat, dialylphthalat, dialylmaleat, và hỗn hợp của chúng.
10. Polyme theo điểm 1, trong đó hàm lượng của ít nhất một monome liên kết ngang (c) nhỏ hơn 5% khối lượng, tính theo tổng khối lượng của các monome tạo ra polyme này.
11. Polyme theo điểm 3, trong đó ít nhất một monome (d) bao gồm monome có công thức (II):

T-A-Z (II)

trong đó:

T là nhóm có thể polyme hóa cho phép copolyme hóa monome (d),

A là chuỗi polyme bao gồm:

m đơn vị alkylen oxit có công thức  $-CH_2CHR_1O-$  với  $R_1$  là alkyl chứa từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon, và m nằm trong khoảng từ 0 đến 150,

p đơn vị alkylen oxit có công thức  $-CH_2CHR_2O-$  với  $R_2$  là alkyl chứa từ 1 đến 4 nguyên tử cacbon, và p nằm trong khoảng từ 0 đến 150,

n đơn vị etylen oxit với n nằm trong khoảng từ 0 đến 150,

trong đó các đơn vị alkylen oxit có công thức  $-CH_2CHR_1O-$ , đơn vị alkylen oxit có công thức  $-CH_2CHR_2O-$  và đơn vị etylen oxit được phân bố theo khối, xen kẽ hoặc ngẫu nhiên; và

Z là chuỗi béo mạch thẳng, mạch nhánh, mạch vòng hoặc đa vòng, no hoặc không no chứa ít nhất 10 nguyên tử cacbon, và tùy ý chứa ít nhất một dị nguyên tử.

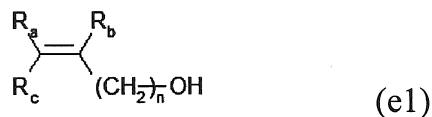
12. Polyme theo điểm 3, trong đó hàm lượng của ít nhất một monome (d) nằm trong khoảng từ 0% đến 20% khối lượng, tính theo tổng khối lượng của các monome tạo ra polyme này.

13. Polyme theo điểm 4, trong đó monome bổ sung (e) được chọn từ nhóm bao gồm:

axit 2-acrylamido-2-metylpropansulfonic và muối của nó,

telome không no của axit acrylic,

monome có công thức (e1):

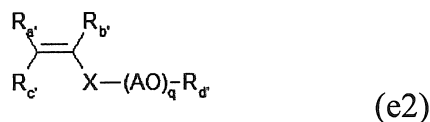


trong đó:

$R_a$ ,  $R_b$  và  $R_c$  độc lập với nhau, là H hoặc  $CH_3$ , và

$n$  bằng 1 hoặc 2, và

monome có công thức (e2):



trong đó:

$R_{a'}$ ,  $R_{b'}$ ,  $R_{c'}$  và  $R_{d'}$  độc lập với nhau, là H hoặc  $CH_3$ ,

$X$  là  $(C=O)$  hoặc  $(CH_2)_r$  với  $r$  bằng 0, 1 hoặc 2,

(AO) là chuỗi được polyalkoxyl hóa bao gồm các đơn vị được alkoxyl hóa, được phân bố theo khối, xen kẽ hoặc ngẫu nhiên, được chọn từ nhóm bao gồm đơn vị EO được etoxyl hóa, đơn vị PO được propoxyl hóa và đơn vị BO được butoxyl hóa, và

$q$  bằng 0 hoặc là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 150.

14. Phương pháp sản xuất polyme theo điểm 1 bằng phản ứng polyme hóa gốc, phương pháp này bao gồm bước polyme hóa hỗn hợp chứa:

ít nhất một monome dạng anion (a),

ít nhất một monome kỵ nước dạng không ion (b),

ít nhất một monome liên kết ngang (c),

tùy ý ít nhất một monome (d) có nhóm vinyl có thể polyme hóa và ít nhất một chuỗi hydrocacbon kỵ nước  $C_{10}$ , ít nhất một monome (d) này khác với monome (b), và

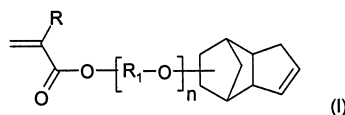
tùy ý ít nhất một monome bổ sung (e) tùy ý là monome dạng không ion, monome bổ sung (e) này khác với monome (b).

15. Phương pháp theo điểm 14, trong đó phương pháp này còn bao gồm bước polyme hóa, với sự có mặt của polyme, hỗn hợp monome thứ hai bao gồm:

ít nhất một monome dạng anion (a') có nhóm vinyl có thể polyme hóa,

ít nhất một monome kỵ nước dạng không ion (b') có nhóm vinyl có thể polyme hóa,

ít nhất một monome liên kết ngang (c') chứa ít nhất một hợp chất có công thức (I):



trong đó:

R là nguyên tử hydro hoặc nhóm metyl,

n bằng 0 hoặc là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 30, và

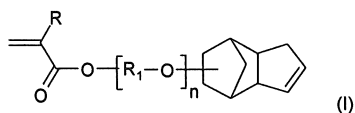
$\text{R}_1$  là nhóm alkylen  $\text{C}_1\text{-C}_{20}$  mạch thẳng hoặc mạch nhánh,

tùy ý ít nhất một monome (d') có nhóm vinyl có thể polyme hóa và ít nhất một chuỗi hydrocacbon kỵ nước  $C_{10}$ , monome (d') này khác với monome (b'), và

tùy ý ít nhất một monome bổ sung (e') tùy ý là monome dạng không ion, monome bổ sung (e') này khác với monome (b'), để thu được polyme thứ hai.

16. Chế phẩm dạng nước để cải biến đặc tính lưu biến, trong đó chế phẩm này bao gồm ít nhất một polyme theo điểm 1.

17. Phương pháp sản xuất polyme bao gồm bước polyme hóa ít nhất một monome để thu được polyme này, trong đó ít nhất một monome này bao gồm hợp chất có công thức (I):



trong đó:

R là nguyên tử hydro hoặc nhóm methyl,

n bằng 1;

R<sub>1</sub> là nhóm alkylen C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub> mạch thẳng hoặc mạch nhánh; và

hàm lượng của hợp chất có công thức (I) nhỏ hơn 5% khối lượng, tính theo tổng khối lượng của ít nhất một monome này.